

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-319314  
 (43)Date of publication of application : 16.11.2001

(51)Int.Cl.

G11B 5/65  
 C23C 14/06  
 C23C 14/34  
 G11B 5/738  
 G11B 5/851  
 H01F 10/16  
 H01F 10/26

(21)Application number : 2000-370140  
 (22)Date of filing : 05.12.2000

(71)Applicant : HITACHI LTD  
 (72)Inventor : NAKAZAWA TETSUO  
 KOZONO YUZO  
 NAITO TAKASHI  
 HIRANO TATSUMI  
 YAMAMOTO HIROTAKA  
 NAMEKAWA TAKASHI  
 SUZUKI YASUTAKA

(30)Priority

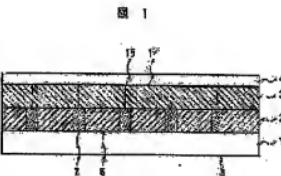
Priority number : 2000058029 Priority date : 28.02.2000 Priority country : JP

## (54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM, ITS MANUFACTURING METHOD AND MAGNETIC RECORDER USING THE MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnetic recording medium for high density recording.

SOLUTION: In the magnetic recording medium 5, an inorganic compound film 2 being a seed layer, a magnetic film 3 on which information is recorded and a protective film 4 are laminated on a substrate 1. The inorganic compound film 2 has cylindrical crystalline particles 6 and amorphous grain boundary phases 7 partitioning the particles 6. In the magnetic film 3, magnetic particles 14 are arranged and epitaxially grow on the inorganic compound film 2, so that the particle size and the standard deviation of the inorganic compound film 2 are reflected on the magnetic particles 14 of the magnetic film 3.



1-基板 2-無機化合物膜 3-磁性膜 4-保護膜  
 5-記録媒体 6-結晶粒子 7-粒界相  
 8-凹部 9-凸部 10-凹部 11-凸部  
 12-凹部 13-凸部 14-磁性粒子

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 03.08.2004  
 [Date of sending the examiner's decision of rejection] 30.05.2006  
 [Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
 [Date of final disposal for application]  
 [Patent number]  
 [Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of extinction of right]

## \* NOTICES \*

JPO and INPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## CLAIMS

## [Claim(s)]

[Claim 1] In the magnetic-recording medium by which it has two or more film by which the laminating was carried out on the substrate and this substrate, and said two or more film has the magnetic film with which information is recorded The inorganic compound film which has the noncrystalline grain boundary phase which encloses the particle and this particle of a crystalline substance is prepared between said substrates and said magnetic films. Said magnetic film The magnetic-recording medium by which mean particle diameter of said magnetic particle is characterized by the standard deviation (sigma) of 4-15nm and particle size being said 25% or less of mean particle diameter including the magnetic particle of a crystalline substance.

[Claim 2] In the magnetic-recording medium by which it has two or more film by which the laminating was carried out on the substrate and this substrate, and said two or more film has the magnetic film with which information is recorded The inorganic compound film which has the noncrystalline grain boundary phase which encloses the particle and this particle of a crystalline substance is prepared between said substrates and said magnetic films. Said magnetic film The magnetic-recording medium by which it has the noncrystalline grain boundary phase which encloses the magnetic particle and this magnetic particle of a crystalline substance, and mean particle diameter of said magnetic particle is characterized by the standard deviation (sigma) of 4-15nm and particle size being said 25% or less of mean particle diameter.

[Claim 3] In the magnetic-recording medium by which it has two or more film by which the laminating was carried out on the substrate and this substrate, and said two or more film has the magnetic film with which information is recorded The 1st constituent which the inorganic compound film which has the noncrystalline grain boundary phase which encloses the particle and this particle of a crystalline substance is prepared between said substrates and said magnetic films, and said inorganic compound film becomes from the oxide of the crystal structure of a NaCl mold or a spinel mold. It is constituted by the 2nd constituent which consists of the oxide, nitride, or boride of an element of an I-V group, the [ of the periodic table ] — said particle and said grain boundary phase The magnetic-recording medium characterized by both containing many 1st constituent in said particle rather than said grain boundary phase including the 1st constituent and the 2nd constituent.

[Claim 4] the oxide, nitride, or boride which is 65 - 98wt% and said 2nd constituent about the oxide said whose particle is the 1st constituent — 35 - 2wt% — the oxide, nitride, or boride which is 50 - 90wt% and the 2nd constituent about the oxide said whose grain boundary phase it contains and is the 1st constituent — 50 - 10wt% — the included magnetic-recording medium according to claim 3.

[Claim 5] The magnetic-recording medium according to claim 3 whose oxide of the NaCl mold crystal structure of said 1st constituent is cobalt oxide (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), ferrous oxide (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), magnesium oxide, manganese oxide, titanium oxide, copper oxide, or nickel oxide.

[Claim 6] The magnetic-recording medium according to claim 3 whose oxide of the spinel mold crystal structure of said 1st constituent is cobalt oxide (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) and an iron oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>).

[Claim 7] The magnetic-recording medium according to claim 3 whose width of face of a grain boundary phase the minor axis/major axis of said 25% or less of mean particle diameter and said particle is [ the standard deviation (sigma) of 4-15nm and particle size ] 0.7-1.0 for the mean particle diameter of said particle, and is 0.1-2nm.

[Claim 8] The magnetic-recording medium according to claim 3 which is the alloy with which said magnetic film contains Co.

[Claim 9] The magnetic-recording medium according to claim 3 which has the noncrystalline grain boundary phase to which said magnetic film surrounds the magnetic particle and this magnetic particle of a crystalline substance.

[Claim 10] said grain boundary phase — the [ of the periodic table ] — the magnetic-recording medium containing the oxide, nitride, or boride of an element of an I-V group according to claim 3.

[Claim 11] This interlayer is a magnetic-recording medium according to claim 3 whose standard deviation (sigma) of 4-15nm and particle size the interlayer is prepared between said inorganic compound film and said magnetic films, and the mean particle diameter of this interlayer particle is said 25% or less of mean particle diameter including the interlayer particle of a crystalline substance.

[Claim 12] Said interlayer is a magnetic-recording medium according to claim 11 which has a noncrystalline grain boundary phase surrounding said interlayer particle and this interlayer particle of a crystalline substance.

[Claim 13] In the process of the magnetic-recording medium by which it has the magnetic film with which two or more film by which the laminating was carried out, and these two or more film record information, and the inorganic compound film was prepared between said substrates and said magnetic films on the substrate The 1st target constituted from an oxide which has the crystal structure of a NaCl mold or a spinel mold, the [periodic table] — the process of the magnetic-recording medium characterized by carrying out the spatter of the 2nd target constituted from at least one sort of an I-V group's oxide, a nitride, and boride simultaneously, and forming the inorganic compound film.

[Claim 14] In the process of the magnetic-recording medium by which it has the magnetic film with which two or more film by which the laminating was carried out, and these two or more film record information, and the inorganic compound film was prepared between said substrates and said magnetic films on the substrate the [ oxide / which has the crystal structure of a NaCl mold or a spinel mold /, and periodic table] — the process of the magnetic-recording medium characterized by carrying out the spatter of the target which mixed the compound which consists of at least one sort of an I-V group's oxide, a nitride, and boride, and forming the inorganic compound film.

[Claim 15] In the process of the magnetic-recording medium by which it has the magnetic film with which two or more film by which the laminating was carried out, and these two or more film record information, and the inorganic compound film was prepared between said substrates and said magnetic films on the substrate At least one sort of elements of Cr, Ta, and Nb, and the 1st target which consists of Co and Pt, the [periodic table] — the process of the magnetic-recording medium characterized by carrying out the spatter of the 2nd target which consists of at least one sort of an I-V group's oxide, a nitride, and boride simultaneously, and forming a magnetic film.

[Claim 16] In the process of the magnetic-recording medium by which it has the magnetic film with which two or more film by which the laminating was carried out, and these two or more film record information, and the inorganic compound film was prepared between said substrates and said magnetic films on the substrate the [ at least one sort of elements of Cr, Ta, and Nb, Co and Pt, and / periodic table] — the process of the magnetic-recording medium characterized by carrying out the spatter of the target which consists of mixture with at least one sort of compounds of an I-V group's oxide, a nitride, and boride, and forming a magnetic film.

[Claim 17] The magnetic recording medium characterized by using a magnetic-recording medium according to claim 1, 2, or 3.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and INPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to high performance and a highly reliable magnetic-recording medium, and the magnetic recording medium that used it for the process and a list.

[0002]

[Description of the Prior Art] JP.10-177712,A is the magnetic-recording medium which carried out the laminating of the 1st substrate layer which consists of Ta and B on a glass substrate, the 2nd substrate layer which uses Cr as a principal component, and the magnetic layer. The 1st substrate layer The role which adjusts the grain size of the 2nd substrate layer and a magnetic layer is played, and it is indicated that it is satisfied with the form which reflects the detailed crystal of the 1st substrate layer as it is of high coercive force and both the properties of a low noise since the 2nd substrate layer and a magnetic layer are formed.

[0003] JP.6-259743,A is the magnetic-recording medium which carried out the laminating of the 2nd substrate layer which has the NaCl mold crystal structure on a nonmagnetic substrate, the 1st substrate layer with body-centered cubic structure, and the magnetic film with hexagonal-closest-packing structure, and it is indicated that the crystal stacking tendency of a magnetic film improves.

[0004] The crystal grain child who JP.7-311929,A is the magnetic-recording medium in which the magnetic thin film was formed on the NiP substrate film, and constitutes a magnetic thin film is separated by the grain boundary part containing a non-ferromagnetic nonmetal phase, and having high holding power and low medium noise figure is indicated.

[0005] JP.11-66533,A among Cr, Pt, Ta, nickel, Ti, Ag, Cu, aluminum, Au, W, Mo, Nb, V, Zr, and Zn Moreover, one sort of metals, O by the magnetic-recording medium in which the magnetic thin film was formed on the nonmagnetic substrate layer of two or more sorts of alloys, as for the magnetic film, many magnetic particles have the structure separated with the grain boundary phase which consists of the same configuration element as a magnetic particle, and excelling in magnetic properties, such as noise figure and coercive force, is indicated.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, with the aforementioned conventional technique, a limit is in control of distribution of the magnetic particle size of the magnetic film which constitutes a magnetic-disk medium, and crystal grain child size, and the very fine particle and the big and rough particle lived together in the magnetic film. When recording information on such a magnetic film, the detailed magnetic particle might be influenced of the leakage field from a surrounding big and rough particle, or big magnetic particles might act mutually, and the noise might occur. Stable record cannot be performed, if such a noise occurs when performing super-high density record exceeding 2 20 Gb(s)/inch.

[0007] The object of this invention is to offer the magnetic-recording medium which is stabilized and can perform high density record, and its process.

[0008] Moreover, it is in offer of the magnetic recording medium using the above-mentioned magnetic-recording medium.

[0009]

[Means for Solving the Problem] When the persons from a book grew up the magnetic film on the inorganic compound film which consists of a crystalline particle and a noncrystalline grain boundary phase which encloses a crystalline particle, the particle size and particle size distribution (uniformity which in other words is the particle size) of a crystalline particle of the inorganic compound film found out that the particle size and particle size distribution of a magnetic particle of a magnetic film were reflected.

[0010] And making small particle size distribution of the crystalline particle of the inorganic compound film, i.e., by controlling the crystalline particle of the inorganic compound film to a detailed homogeneity particle size, the magnetic particle uniform [particle size] and detailed was arranged regularly, and found out that the magnetic film which is stabilized and can perform high density record could be obtained.

[0011] Moreover, when a magnetic film consisted of a sludge (grain boundary phase) which deposited in the grain boundary of a crystalline magnetic particle and a magnetic particle, the magnetic particle of a magnetic film was more detailed, and it found out that particle size became uniform.

[0012] Moreover, when the particulate structure of a magnetic film being controllable by preparing an interlayer between the inorganic compound film and a magnetic film, and controlling the particle size and particle size distribution of a crystalline particle of an interlayer and an interlayer consisted of a sludge (grain

boundary phase) which deposited in the grain boundary of a crystalline particle and a crystalline particle, especially the crystal grain child of a magnetic film was more detailed, and found out that particle size became uniform. The summary of this invention is as follows.

[0013] [1] In the magnetic-recording medium by which it has two or more film by which the laminating was carried out on the substrate and thin substrate, and said two or more film has the magnetic film with which information is recorded The inorganic compound film which has the noncrystalline grain boundary phase which encloses the particle and this particle of a crystalline substance is prepared between said substrates and said magnetic films. As for said magnetic film, the standard deviation (sigma) of 4-15nm and particle size has the mean particle diameter of said magnetic particle in the magnetic-recording medium which is said 25% or less of mean particle diameter including the magnetic particle of a crystalline substance.

[0014] [2] Said magnetic film is in said magnetic-recording medium which has the noncrystalline grain boundary phase which encloses the magnetic particle and this magnetic particle of a crystalline substance.

[0015] [3] the [ the 1st constituent which said inorganic compound film becomes from the oxide of the crystal structure of a NaCl mold or a spinel mold, and / of the periodic table ] — it is constituted by the 2nd constituent which consists of the oxide, nitride, or boride of an element of an I-V group, and said particle and said grain boundary phase are both in said magnetic-recording medium by which many 1st constituent is contained in said particle rather than said grain boundary phase including the 1st constituent and the 2nd constituent.

[0016] the [ 1st constituent / which forms an oxide with the crystal structure of (a) NaCl mold or a spinel mold as inorganic compound film suitable for the magnetic-recording medium of this invention /, and (b) periodic table ] — it is the inorganic compound film containing at least one sort of the 2nd constituent chosen from an I-V group's oxide, a nitride, and boride.

[0017] Especially as oxide with a NaCl mold crystal structure, at least one sort chosen from cobalt oxide (CoO), ferrous oxide (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), magnesium oxide, manganese oxide, titanium oxide, copper oxide, or nickel oxide is good.

[0018] Moreover, as oxide with a spinel mold crystal structure, cobalt oxide (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) and an iron oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) are good.

[0019] The crystalline particle of the inorganic compound film is (a):(b)=65-98wt%:35-2wt%, and a grain boundary phase is (a):(b)=50-90wt%:50-10wt%, and is good to use that in which a crystal grain child and a grain boundary phase contain (a) and (b). At this time, (a) always exists in the crystalline particle of the inorganic compound film mostly from a grain boundary phase, particle size is [ the standard deviation (sigma) of 4-15nm and particle size ] 25% or less of mean particle diameter, and, as for the width of face of a grain boundary phase, a minor axis/major axis is set to 0.1-2mm in 0.7-1.0.

[0020] Co is made into a subject and the ferromagnetic which consists of an alloy containing at least one sort of elements of Pt, and Cr, Ta, and Nb is used for the magnetic film formed on the inorganic compound film. This ferromagnetic has the structure where at least one sort of elements of Cr, Ta, and Nb deposit in the grain boundary of the crystal grain child who makes Co a subject, and a crystal grain child.

[0021] The particle size and particle size distribution of a magnetic particle of a magnetic film become almost the same as the thing of the inorganic compound film reflecting the particulate structure of the inorganic compound film. Therefore, a magnetic particle is detailed and the magnetic film of homogeneity particle size is obtained.

[0022] the grain boundary of a magnetic particle — the [ periodic table ] — at least one sort of oxide [ of an I-V group ], nitride, and boride \*\* may deposit. In this case, more reflecting the particulate structure of the inorganic compound film, in the magnetic particle of a magnetic film, for a path, the range of 4-15nm, and a minor axis/major axis is 0.7-1.0, and, as for the particle size and particle size distribution of a magnetic particle of a magnetic film, the standard deviation (sigma) of a path becomes 25% or less of mean particle diameter.

[0023] Moreover, the particle size and particle size distribution of a magnetic particle of a magnetic film reflect the particulate structure of the inorganic compound film more as the difference of the lattice constant of the magnetic particle of a magnetic film and the lattice constant of the particle of the inorganic compound film is less than \*\*10%.

[0024] The metal membrane of Cr system is used for the interlayer formed between the inorganic compound film and a magnetic film. In the particle size and particle size distribution of metal particles of an interlayer, the particle size and particle size distribution of a magnetic particle of a magnetic film reflect the particulate structure of the metal particles of an interlayer reflecting the particulate structure of the inorganic compound film. That is, the particle size and particle size distribution of a magnetic particle of a magnetic film become almost the same as the thing of the inorganic compound film, a magnetic particle is detailed and the magnetic film of homogeneity particle size is obtained.

[0025] moreover, an interlayer — the grain boundary of the metal particles of Cr system — the [ periodic table ] — at least one sort of an I-V group's oxide, a nitride, and boride may deposit. In this case, the particle size and particle size distribution of a magnetic particle of a magnetic film reflect the particulate structure of the inorganic compound film more.

[0026]

[Embodiment of the Invention] [Process] The process of the inorganic compound film of this invention is

explained, for forming the inorganic compound film on a substrate — (A) Target (B) which consists of an oxide with the NaCl mold crystal structure or the spinel mold crystal structure [ periodic table ] — a sputter is performed using the mixed target which performed the sputter simultaneously using two targets of the target which consists of at least one sort of an I-V group's oxide, a nitride, and boride, or mixed (B) with (A).

[0027] the [ target / which makes Co a subject and consists of at least one sort of Pt, and Cr, Ta and Nb in order to form a magnetic film on the inorganic compound film /, and periodic table ] — a sputter is carried out using the mixed target which carried out the sputter of the target which consists of at least one sort of an I-V group's oxide, a nitride, and boride simultaneously, or mixed these raw materials. At this time, it is good to adjust the surface ratio or the mixing ratio of a target so that it may become [ least one sort chosen [ as opposed to / at least one sort / 65 ~ 98wt% ] from inside of oxide [ of the periodic table Ith ~ V group ], nitride, and boride 35~2wt% of Co, Pt, and Cr, Ta and Nb.

[0028] If a sputter is performed, on the crystalline particle of the inorganic compound film, the magnetic particle of a magnetic film grows epitaxially, a magnetic particle will be detailed and the magnetic film of homogeneity particle size will be obtained.

[0029] In order to form the interlayer of Cr system metal on the inorganic compound film, a sputter is carried out using the mixed target which carried out the sputter of the target which consists of a Cr system metal, and the target which consists of at least one sort of the oxide of the periodic table Ith ~ V group, a nitride, and boride simultaneously, or mixed these raw materials.

[0030] this time — 65 ~ 98wt% of Cr system metal — receiving — the [ periodic table ] — it is good to adjust the surface ratio or the mixing ratio of a target so that it may become 35 ~ 2wt% about at least one sort of an I-V group's oxide, a nitride, and boride.

[0031] If a sputter is performed, on the crystalline particle of the inorganic compound film, the crystal grain child of an interlayer grows epitaxially, a crystal grain child will be detailed and the interlayer of homogeneity particle size will be obtained. If the sputter of the magnetic film is carried out as mentioned above on this interlayer, on the crystalline particle of an interlayer, the crystal grain child of the magnetic film of an interlayer grows epitaxially, a crystal grain child will be detailed and the magnetic film of homogeneity particle size will be obtained.

[0032] In order to grow up a magnetic particle smoothly, it is desirable that the crystal structure of the crystal grain child of the inorganic compound film or an interlayer is the same as the structure of the magnetic particle which constitutes a magnetic film, or that it is similar structure.

[0033] Less than \*\*% of resemblance is desirable here, in order to say that the difference of the lattice constant of the crystal grain child of the inorganic compound film to the lattice constant of the magnetic particle which constitutes a magnetic film, and an interlayer is less than \*\*% and to perform crystal growth smoothly more.

[0034] Since the magnetic particle of a magnetic film is detailed, serves as homogeneity particle size, can reduce a noise, and heat fluctuation and heat demagnetization and can make a flux reversal unit smaller by the above, high density record can be performed.

[0035] For example, the standard deviation (sigma) of particle diameter becomes [ the path of the magnetic particle of a magnetic film / 4~15nm, and a minor axis/major axis ] 25% or less of mean particle diameter in 0.7~1.0, and a flux reversal unit can record [ coercive force ] by 3000 or more Oes by 100nm or less, and 20 Gb/inch two more consistencies.

[0036] In addition, a flux reversal unit can assume the smallest unit of reversal to be one magnetic particle of a magnetic film, and it can opt for record or elimination by observation according [ whether to be equivalent to a \*\*\*\*\* case at the magnetic particle of the magnetic film for how many pieces, and ] to a magnetic force microscope (MFM) etc.

[0037] [Example 1] Type section drawing of the magnetic-recording medium in this example is shown in drawing 1. The magnetic-recording medium 5 carries out the laminating of the inorganic compound film 2 which is a seed layer, the magnetic film 3 with which information is recorded, and the protective coat 4 on a substrate 1. The inorganic compound film 2 is pillar-shaped, and it consists of the noncrystalline grain boundary phase 7 which separates the particle 6 of a crystalline substance, and a particle 6, and a magnetic particle 14 arranges a magnetic film 3, and it is constituted. In this invention, when a grain boundary, a call, and the matter especially noncrystallizing to a grain boundary deposit the boundary of a particle and a particle and it has width of face, this is called grain boundary phase 7. The magnetic film 3 of drawing 1 has a grain boundary 15 between a magnetic particle 14 and a magnetic particle 14.

[0038] The glass substrate of the diameter of 2.5 inch was used as a substrate 1. Therefore, the inorganic compound film 2 is formed in the simultaneous sputter at 30nm thickness using the cobalt oxide (CoO) sintering target and the target which mixed and sintered silicon oxide (SiO<sub>2</sub>) and titanium oxide (TiO<sub>2</sub>) to 2:1 by the mole ratio.

[0039] Pure Ar was used for the discharge gas at the time of a sputter, and in the discharge-gas-pressure force, 2mTorr(s) and charge high-frequency power set the 100 ~ 1000W/100mmphi, SiO<sub>2</sub>, and TiO<sub>2</sub> side to 100~1000W/100mmphi for the cobalt oxide side.

[0040] The thickness of the inorganic compound film 2 has good 5~50nm. Therefore by less than 5nm, the inorganic compound film does not fully show [ thickness ] the property of the inorganic compound film to the effect of the surface structure of a substrate. Since the property of the inorganic compound film is fully shown

when thickness is set to 5–50nm, it is thickness sufficient as substrate film of a magnetic-recording medium. [0041] The presentation of the inorganic compound film with which it was obtained when changing a target and charge power into a table 1, and carrying out to it by the simultaneous sputter, and the crystallinity of a particle are shown.

[0042]

[A table 1]

表 1

NO.	ターゲット及び投入電力(W)		無機化合物膜組成(wt%)		無機化合物膜		結晶性 参考
	CoO	SiO <sub>2</sub> –TiO <sub>2</sub>	純度	純度	平均粒子径(nm)	標準偏差/平均粒子径(%)	
1	100	100	CoO:86 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :15	CoO:80 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :20	8.3	14.2 0.90	○
2	200	100	CoO:88 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :12	CoO:78 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :22	8.6	12.3 0.92	○
3	300	100	CoO:93 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :7	CoO:75 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :25	9	11.2 0.93	○
4	500	100	CoO:95 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :5	CoO:73 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :27	9.2	13.2 0.92	○
5	700	100	CoO:98 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :2	CoO:83 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :17	14.2	17.5 0.91	○
6	1000	100	CoO:95 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :0.5	CoO:80 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :10	18.6	25.6 0.65	○ 比較例
7	200	400	CoO:80 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :20	CoO:53 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :47	8.1	12.8 0.89	○
8	200	800	CoO:78 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :22	CoO:50 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :50	7.2	18.6 0.88	○
9	200	1000	CoO:45 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :26	CoO:50 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :50	6.2	21.2 0.89	○
10	170	1000	CoO:53 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :37	CoO:45 SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> :55	—	— X 比較例	
11	300	0	CoO:100 —	CoO:100 —	20.3	26.1 0.80	○ 比較例

[0043] The particle 6 in which any inorganic compound film contains cobalt oxide was distributed, and the particle 6 was an oxide which has the NaCl mold crystal structure, although No.1–5, and 7–9 have the grain boundary phase 7 in a grain boundary — No. — 6 and 11 did not have the grain boundary phase 7. Moreover, No.10 had the bad crystallinity of a particle and distinction of a particle and a grain boundary was difficult for them.

[0044] Among the particles 6 of the inorganic compound film of No.1–11, crystallinity is good except No.10 and the value of mean particle diameter of 15nm or less, and standard deviation (sigma) / particle-size x100 was

25% or less except No.6 and 11. In addition, as mentioned above, since crystallinity was bad, a particle and a grain boundary could not distinguish No.10 clearly, and they cannot be evaluated.

[0045] The crystallinity of a particle 6 does not fail, or if, as for the presentation of the part of a particle 6,  $\text{SiO}_2+\text{TiO}_2$  component separates [ a CoO component ] from the range of 35 ~ 2wt% 65 ~ 98wt%, the standard deviation (sigma) of particle size will become large, and the property as inorganic compound film will not be acquired like No.6, and 10 and 11.

[0046] The image which observed the front face of No.3 with the transmission electron microscope (TEM) to drawing 2 is shown. The particle 6 whose mean particle diameter is 9nm had arranged regularly. As a result of carrying out TEM observation similarly about inorganic compound film other than No.3, spacing of a particle 6, i.e., the width of face of a grain boundary 7, was 0.1~2nm except the example of a comparison.

[0047] As a path of a particle 6, the area of about 300 particles of a TEM observation photograph like drawing 2 was measured, and the average of the diameter when carrying out circle approximation of each area was calculated. Since the lattice image was observed by the particle 6, the particle 6 was a crystalline substance, and since a lattice image was not checked by the grain boundary phase 7, it turned out that the grain boundary phase 7 is noncrystalline.

[0048] The presentation of a particle 6 and the grain boundary phase 7 was measured by EDX (energy dispersion mold characteristic-X-ray analysis apparatus) of FE-TEM (field emission mold TEM). About 5nm and the grain boundary phase 7 extracted the beam diameter for the beam diameter to about 0.5nm, and the particle 6 measured.

[0049] The cobalt oxide with which the particle 6 of No.3 has a NaCl mold crystal structure was 93wt(a), and  $\text{SiO}_2+\text{TiO}_2$  of others was 7wt(s). Moreover, CoO was [ the remainders of the grain boundary phase 7 ]  $\text{SiO}_2$  and  $\text{TiO}_2$  75wt(s). As a result of analyzing similarly about other samples, as for the particle part, a part for a grain boundary phase part had [ CoO ] CoO in the range of 50 ~ 90wt% 65 ~ 98wt% except the example of a comparison, and the remainders were  $\text{SiO}_2$  and  $\text{TiO}_2$ , the place which searched for the particle size distribution of a particle 6 — standard deviation (sigma) / mean-particle-diameter  $\times 100$  — No. — except 6, 10, and 11, it was 25% or less and the path was uniform.

[0050] Next, Co69Cr19Pt12 film (atomic %) of 12nm thickness was formed as a magnetic film 3 by the sputter on the No. inorganic compound film 2 of 1~11 of a table 1. The Co-Cr-Pt alloy was used for the target at the time of a sputter, and pure Ar was used for discharge gas. 3mTorr and the charge DC power of the discharge-gas-pressure force are 300W/100mmphi.

[0051] Subsequently, the carbon (C) film of 5nm of thickness was formed as a protective coat 4 on the magnetic film 3. As for the conditions at the time of a sputter, discharge gas is [ Ar and the discharge-gas-pressure force of 5mTorr ] and charge DC power ] 800W/100mmphi. Although Ar was used for discharge gas in this example, the gas containing nitrogen may be used and a protective coat 4 carries out sputtering in this case.

[0052] When the front face and cross section of a magnetic film 3 were observed with the electron microscope, the magnetic film 3 formed on the inorganic compound film 2 of a table 1 was growing epitaxially mostly except No.9, and the particle 6 of the inorganic compound film 2 and the magnetic particle 14 of a magnetic film 3 were the almost same sizes.

[0053] The place which searched for the particle size distribution of a magnetic particle 14 — standard deviation (sigma) / mean-particle-diameter  $\times 100$  — No. — except 6, 10, and 11, it was 25% or less and the path was uniform. This is because the particle size of the inorganic compound film 2 and a standard deviation gestalt are reflected in the magnetic particle 14 of a magnetic film 3.

[0054] The result of having measured the magnetic properties of these magnetic films 3 — No., except 6, 10, and 11, coercive force square shape ratio  $S^4$  whose coercive force is the indexes of the square shape nature of the hysteresis in 3.0~3.8kOe and a M-H loop formation (called hysteresis loop curve drawn when Magnetization M is measured impressing Field H to a ferrromagnetic ingredient) is 0.75~0.88, and had good magnetic properties. This has the small path of the magnetic particle 14 of a magnetic film 3, and it thinks because it is uniform. On the other hand, the coercive force of the magnetic film of No.8, and 10 and 11 was 2~2.5Oe.

[0055] About the magnetic film prepared on No.6 of a table 1, and 10 or 11 inorganic compound film, it was large [ the standard deviation of the particle size ] etc., and the crystallinity of the particle of the inorganic compound film cut low as mentioned above, and the particle size of a magnetic film was [ standard deviation became large and ] also inferior in magnetic properties.

[0056] Next, after applying lubricant to the front face of a protective coat 4, the magnetic-recording medium 5 was built into the magnetic recorder and reproducing device, and record reproducing characteristics were evaluated. Drawing 3 is the perspective view showing the outline of a magnetic recorder and reproducing device.

[0057] A magnetic recorder and reproducing device has the actuator 8 which does revolution actuation of the magnetic-recording medium 5 and the magnetic-recording medium 5, and the actuator 9 which drives the magnetic head 10.

[0058] The magnetic head 10 has the reproducing head and a recording head, and the recording head has an up magnetic core, a lower magnetic core, and the gap film. Here, gap length is 0.15 micrometers using the soft magnetism film which has the high saturation magnetic flux density of 2.1T on the gap film of a recording head.

Moreover, the magnetic head which has giant magneto-resistance was used for the reproducing head.

[0059] The distance of the record-medium opposed face of the magnetic head 10 and the magnetic film of the magnetic-recording medium 5 is 20nm. The signal which is equivalent to 2 20 Gb(s)/inch was recorded on the magnetic-recording medium 5, and S/N was evaluated. No. of a table 1 — in the magnetic film 3 formed in inorganic compound film 2 other than 6, 10, and 11, the playback output of 27-38dB was obtained. On the other hand, in the magnetic film 3 formed in No.6 of a table 1, and 10 or 11 inorganic compound film 2, it was 17-19dB in playback output.

[0060] The place which measured the flux reversal unit of a magnetic film under the magnetic force microscope (MFM) here — No. of a table 1 — in the magnetic film 3 formed in inorganic compound film 2 other than 6, 10, and 11, the magnetic particle 14 about 4-5 pieces is a flux reversal unit, and it turned out that a flux reversal unit is small enough.

[0061] Moreover, the width of face of the zigzag pattern which exists in the magnetization transition region of the truck of the magnetic-recording medium 5 measured under the magnetic force microscope (MFM) was also below the gap length of 0.1 micrometers and a recording head, and was remarkably small. Moreover, demagnetization by heat fluctuation or heat was not generated, either.

[0062] Since the path of the magnetic particle 14 of a magnetic film 3 is uniform, this originates in the magnetic interaction of magnetic particle 14 comrades having been reduced. In addition, although the width of face of a zigzag pattern does not necessarily need to be below gap length over the truck perimeter, it is an ideal that he is below gap length over the perimeter. At this time, the noise of a magnetic-recording medium can be reduced remarkably.

[0063] Moreover, in the magnetic recorder and reproducing device of this example, distance between the parts and truck with which the width of face of a zigzag pattern became smaller than before can be made small, and high density record exceeding 2 20 Gb/inch can be performed.

[0064] In addition, although the glass substrate was used as a substrate 1 in this example, it is also possible to use aluminum, aluminum alloy substrate, or the substrate made of synthetic resin, and substrate size can also be changed. Moreover, in order to reform the front face of a substrate, layers, such as NiP and CoCrZr, may be formed.

[0065] Moreover, what makes Co a subject as a magnetic particle component of a magnetic film, and contains one sort of elements of Cr, Ta, and Nb, Pt, or other elements is used, and things are made.

[0066] [Example 2] In this example, the inorganic compound film 2 of drawing 1 was formed using the target shown in No.1-10 of a table 2. A target 1 is a sintering target chosen from NiO, FeO, MgO, TiO, MnO, Co 3O4, Fe3O4, or such mixture. A target 2 is a melting target of soda lime (Na2O-SiO2-CaO system) glass.

[0067]

[A table 2]

無機化合物膜		磁性膜			備考
分子	平均粒子径(nm)	無機化合物/平均粒径 分子X(1000)	平均粒子径(1000)	無機化合物/平均粒径 分子X(1000)	
78 分22	23	23.3	21	29	比較用
73 分27	12.3	16.1	12.2	18.1	-
10.5 分25	11.5	16.3	11.7	15.9	-
8.0 分20	12.4	16.6	11.7	13.2	-
8.9 分31	13.2	9.2	11.2	16.9	-
9.1 分19	11.5	20.1	14.2	13.9	-
14.7 分27	13.2	12.8	12.9	14.4	-
22.1 分21	6.5	15	7.2	17	-
6.7 分26	8.3	18.5	8.8	17.6	-

ターゲット及び導入電力 (W)		無機化合物層組成 <sup>a</sup>
NO.	ターゲット1 ターゲット2	組成
1	FeO 300W	FeO:100 NiO:— MnO:— 100W
2	FeO 300W	NiO:48 MnO:32 100W
3	FeO 300W	FeO:63 MnO:32 100W
4	FeO+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 300W	FeO+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :86 MnO:13 100W
5	FeO 300W	FeO:87 MnO:13 100W
6	TiO 300W	TiO <sub>9</sub> MnO:21 100W
7	FeO 300W	FeO:72 MnO:27 100W
8	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> +MnO +TiO 300W	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> :90 MnO:10 100W
9	CaO 300W	CaO:82 MnO:18 100W
10	FeO 300W	FeO:65 MnO:35 100W

[0068] If the front face of the inorganic compound film 2 is observed with an electron microscope, the oxide with which the inorganic compound film 2 of No.1-8 has the NaCl mold crystal structure, and the crystal grain child 6 in whom No.9-10 contain the oxide of a spinel mold are distributed.

[0068] The standard deviation (sigma) of distribution of 6.5-13.2nm, and the minor axis/major axis of a particle of 0.7-1.0, and particle size also had a particle size of a particle 6 as small as 9.2-20.1% of mean particle diameter, and No.2-10 had a uniform particle size. In addition, mean particle diameter was 23nm and No.1 was that to which the standard deviation (sigma) of distribution of particle size also exceeds 25% of mean particle diameter.

[0070] Although the inorganic compound film of No.2-10 had the grain boundary phase 7 to which the noncrystalline oxide deposited in the grain boundary of a particle 6, a clear grain boundary phase was not observed by No.1.

[0071] When the magnetic film 3 was formed on the inorganic compound film 2 of a table 2, the magnetic particle 14 of the magnetic film 3 of No.2-10 became a thing reflecting the particle size of the inorganic compound film 2, and a standard deviation gestalt.

[0072] However, it was not reflected in the magnetic film of No.1, but the particle size of a magnetic particle became that to which the standard deviation (sigma) of distribution of particle size also exceeds 25% of mean particle diameter by 15nm or more. Therefore, in order to perform high density record exceeding 2 20 Gb/inch, the inorganic compound film of No.2-10 is desirable.

[0073] As mentioned above, the magnetic-recording medium in which high density record is possible can be formed by using the inorganic compound film which serves as the crystal grain child 6 containing the oxide which has a NaCl mold or the spinel mold crystal structure from a noncrystalline grain boundary phase.

[0074] [example 3] — the soda lime system glass which uses a cobalt oxide (CoO) target and SiO<sub>2</sub>-Na<sub>2</sub>O-CaO as a major component on the substrate 1 of drawing 1 in this example — Si3 — the inorganic compound film 2 of 30nm thickness was formed by the simultaneous sputter using the target which added N4, TiN, Fe2B, or CoB.

[0075] Pure Ar was used for the discharge gas at the time of a sputter, and, In the discharge-gas-pressure force, 2mTorr(s) and charge high-frequency power set the target side of 300W and soda lime system glass to 200W for the cobalt oxide side.

[0076] The substrate was heated at 300 degrees C during membrane formation. When the front face of the inorganic compound film was observed by TEM, as for mean particle diameter, it turned out that the grain boundary phase with 9.8-12.5nm, and a minor axis/major axis amorphous a crystal grain child and around [ of crystal grain ] 0.7-1.0 exists. Moreover, the particle was crystallized and distribution (sigma) of the particle size of this particle was 11.9 - 20.1% of mean particle diameter.

[0077] SiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O and CaO, and Si3N4 added, TiN, Fe2B or the component of CoB was contained in the grain boundary phase. The thickness of a grain boundary phase was 0.5-1.0nm. A grain boundary phase can be thickened by adding Si3N4, TiN, Fe2B, or CoB at a target.

[0078] [Example 4] In this example, magnetic-recording medium No.1-7 as shown in a table 3 were created using the substrate 1 which formed the inorganic compound film 2 on the same conditions as No.3 of an example 1.

[0079]  
[A table 3]

表 3

No.	中間層用ターゲット		中間層		磁性記録用ターゲット		磁性層 平均粒子 径 (nm)	平均粒子 径 (nm)	導体層 平均粒子 径 (nm)	導体層 平均粒子 径 (nm)
	ターゲット1	ターゲット2	平均粒子 径 (mm)	平均粒子 径 (mm)	ターゲット1	ターゲット2				
1	Cr-0.6Cr(100at%) 300W	—	10.5	20.1	2.6244 Cr:19at%Pt:12at% 300W	—	—	10.5	20.8	图4(a)
2	Cr80Ti10Cr:80at% 300W	—	12.3	18.1	2.9806 Cr:19at%Pt:12at% 300W	—	—	10.3	19.5	
3	Cr80Ti20Cr:80at% Ti:20at% 300W	—	11.5	17.9	2.8664 Cr:19at%Pt:12at% 300W	—	—	11.5	19.3	
4	Cr70Ti30Cr:70at% Ti:30at% 200W	—	11.2	17.3	3.0297 Cr:19at%Pt:12at% 300W	—	—	10.8	18.2	
5	Cr40Ti60Cr:50at% Ti:50at% 300W	SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> (SiO <sub>2</sub> :TiO <sub>2</sub> =1:1) 100W	10.5	14.9	— Cr:19at%Pt:12at% 300W	—	—	10.3	14.8	图4(b)
6	Cr40Ti60Cr:50at% Ti:50at% 300W	SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> (SiO <sub>2</sub> :TiO <sub>2</sub> =1:1) 100W	10.5	14.9	— Cr:19at%Pt:12at% 300W	—	—	10.5	13.4	图4(c)
7	中間層を形成せずに、磁性層を直接受け合物層上に形成する。									
							SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> (SiO <sub>2</sub> :TiO <sub>2</sub> =1:1) 100W	SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> (SiO <sub>2</sub> :TiO <sub>2</sub> =1:1) 100W	10.5	15.4
							Cr:19at%Pt:12at% 300W	Cr:19at%Pt:12at% 300W	10.5	15.4

[0080] The magnetic-recording medium of No.1-4 formed the interlayer 4 which changed the presentation ratio of Cr and Ti on the inorganic compound film 2, and formed the magnetic film 3 on the interlayer 4. Type section drawing of the magnetic-recording medium of No.1 is shown in drawing 4 (a).

[0081] Forming an interlayer by the sputter using a Cr-Ti alloy target, the thickness is 10nm. Using pure Ar for the discharge gas at the time of a sputter, 3mTorr(s) and the charge DC power of the discharge-gas-pressure force are 800W/100mmphi.

[0082] Forming a magnetic film by the sputter using a Co-Or-Pt alloy target, the thickness is 12nm. Using pure Ar for the discharge gas at the time of a sputter, 3mTorr(s) and the charge DC power of the discharge-gas-pressure force are 800W/100mmphi.

[0083] As shown in a table 3, the interlayer 13 of the magnetic-recording medium of No.1-4 showed good

mean particle diameter and particle size distribution reflecting the particle diameter of the inorganic compound film 2, and its distribution. Moreover, the magnetic film 3 also showed the good diameter of an average magnetic particle and particle size distribution reflecting the particle diameter of an interlayer 13, and its distribution.

[0084] The interlayer particle 17 has arranged the interlayer 13 shown in drawing 4 (a), and a grain boundary 18 is among interlayer particles.

[0085] Moreover, the lattice constant of an interlayer 13 is controllable by Ti concentration, and if Ti concentration is adjusted so that the lattice constant of an interlayer 13 may become a value between the lattice constant of the inorganic compound film, and the lattice constant of a magnetic film, an inorganic compound film  $\rightarrow$  interlayer  $\rightarrow$  magnetic film and each film can be grown up ease and certainly.

[0086] The magnetic particle 14 has arranged the magnetic film 3 shown in drawing 4 (a), and a grain boundary 15 is among magnetic particles.

[0087] The magnetic-recording medium of No.5 formed the interlayer 13 which consists of an interlayer particle 17 of a crystalline substance, and an amorphous grain boundary phase 19 on the inorganic compound film 2, and formed the magnetic film 3 on the interlayer 13 (drawing 4 (b)).

[0088] The interlayer 13 formed by performing a sputter simultaneously using the alloy target of Cr90Ti10 used by interlayer formation of the magnetic-recording medium of No.2, and the target which mixed silicon oxide and titanium oxide to 1:1 by the mole ratio, and was sintered.

[0089] The magnetic film 3 was formed like the magnetic film of the magnetic-recording medium of No.1-4. The magnetic film 3 of the magnetic-recording medium of No.5 had the good diameter distribution of a magnetic particle compared with the magnetic film 3 of the magnetic-recording medium of No.1-4.

[0090] The magnetic-recording medium of No.6 formed the interlayer 13 like the magnetic-recording medium of No.5, and formed the magnetic film 3 which consists of a magnetic particle 14 of a crystalline substance, and an amorphous grain boundary phase 16 on the interlayer 4. The magnetic particle 14 has arranged the magnetic film 3 shown in drawing 4 (c), and the grain boundary phase 16 is among magnetic particles.

[0091] The magnetic film 3 formed by the simultaneous sputter using the Co-Cr-Pt alloy target used by magnetic film formation of No.1-4, and the target which mixed silicon oxide and titanium oxide to 1:1 by the mole ratio, and was sintered. The magnetic film 3 of the magnetic-recording medium of No.6 had the good diameter distribution of a magnetic particle compared with the magnetic film 3 of the magnetic-recording medium of No.1-4.

[0092] The magnetic film 3 of the magnetic-recording medium of No.7 formed directly the magnetic film 3 which consists of a magnetic particle of a crystalline substance, and an amorphous grain boundary phase on the inorganic compound film 2, without preparing an interlayer.

[0093] The magnetic particle 14 has arranged the magnetic film 3 shown in drawing 4 (d), and the grain boundary phase 16 is between magnetic particle 14 comrades. The magnetic film 3 was formed like the magnetic film of the magnetic-recording medium of No.6. The magnetic film 3 of the magnetic-recording medium of No.7 had the good diameter distribution of a magnetic particle compared with the magnetic film 3 of the magnetic-recording medium of No.1-4.

[0094] As a result of observing the front face and cross section of each film of No.1-7 by TEM, which interlayer 13 and magnetic film 3 of a magnetic-recording medium were growing epitaxial on the inorganic compound film 2. [ of a magnetic-recording medium ] however, No. — the diameter distribution of a magnetic particle had a more good direction at the time of forming the magnetic film 3 which has a magnetic particle 14 and the grain boundary phase 16 like 6 and 7.

[0095] Although the Cr-Ti system alloy ingredient was shown for the effectiveness of an interlayer 13 in the example by this example in order to improve the consistency of the inorganic compound film 2 and a magnetic film 3, effectiveness with the same said of the alloy system which added Ti, V, Mo, Mn, B, W, etc, to Cr is acquired.

[0096] By formation of the inorganic compound film, particle size of the interlayer formed on it and its distribution control can be performed good. Furthermore, particle size of an interlayer and its distribution control can be performed good by making an interlayer formation particle component and a grain boundary phase formation component live together also in an interlayer.

[0097] That is, particle size of a magnetic film and its distribution control can be further performed good by being able to perform particle size of the magnetic film formed on it, and its distribution control good, and making a magnetic particle component and a grain boundary phase formation component live together also in a magnetic film by formation of the inorganic compound film and an interlayer.

[0098] [Example 5] In this example, the magnetic disk shown in No.1-12 of a table 4 was manufactured.

[0099] In order to form the inorganic compound film of the magnetic disk shown in No.1-12, the target was produced as follows.

[0100] It blended with a mean diameter 2.3 and 3.2-micrometer cobalt oxide at a rate which shows Na2O-SiO2-CaO system glass or the mixture (the mole ratio of SiO2 and TiO2 is 1:1) of SiO2 and TiO2 of a special grade chemical in a table 4. After adding ethyl alcohol to these compounds and making it uniform slurry-like mixture, it dried and corned with the spray dryer. Pressing of this granulation object was carried out, and hotpress sintering was carried out and it considered as the target.

[0101] The inorganic compound film with a thickness of 30nm was formed by the RF-sputtering method using

each target. The crystallinity of each inorganic compound film, mean particle diameter and standard deviation/mean particle diameter, and a film presentation are shown in a table 4.

[0102] Moreover, the magnetic film (Co99Cr19Pt12) with a thickness of 10nm was formed on each inorganic compound film. The S/N (dB) ratio when writing in and reading data equivalent to 2 20 Gb/s/inch with the magnetic disk drive using the obtained medium (magnetic disk) is shown in a table 4.

[0103]

[A table 4]

NO	ターゲット組成 (wt%)	構成化合物 g (CoO)	構成化合物 g (CoO)	構成化合物		面積テクスチャ(%)	維持時間
				粒子径(μm)	平均粒径(μm)		
1	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	Na <sub>2</sub> O+SiO <sub>2</sub>	96	粒子径(1.7~1.9)μm 平均粒径(1.7~1.9)μm 標準偏差(1.0~1.9)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	12	比較的
2	CoO:TiO <sub>2</sub> 高さ75:15	Na <sub>2</sub> O+SiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	96	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	25	-
3	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	Na <sub>2</sub> O+SiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	94.5	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	32	-
4	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	Na <sub>2</sub> O+SiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	96	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	35	-
5	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	Na <sub>2</sub> O+SiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	94.2	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	34	-
6	CoO:TiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	Na <sub>2</sub> O+SiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	97	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	29	-
7	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	Na <sub>2</sub> O+SiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	64	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	11	比較的
8	CoO:TiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	94.1	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	27	-
9	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	88.6	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	36	-
10	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	85.9	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	32	-
11	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	90.1	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	26	-
12	CoO:SiO <sub>2</sub> :CaO 高さ75:15	SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> +CaO 高さ75:15	87.5	粒子径(1.5~1.7)μm 平均粒径(1.5~1.7)μm 標準偏差(1.0~1.7)μm	粒度分布範囲 粒度分布範囲 粒度分布範囲	14	比較的

[0104] With the magnetic disk of No.1 of a table 4, while the width of face of a grain boundary phase became [ the amount of CoO(s) of the particle part in the inorganic compound film ] small at 99wt(s)% and the particle size of the inorganic compound film became large, standard deviation/mean particle diameter also became large, as a result, the particle diameter of a magnetic film also became large, and S/N fell.

[0105] With the magnetic disk of No.7, in No.1, the amount of CoO(s) in the film was 63wt(s)%, the width of face of a grain boundary phase became large at reverse, the particle size of the inorganic compound film was extremely small, and since crystallinity also worsened, a magnetic film could not make particle size of the inorganic compound film reflect, consequently particle diameter control of a magnetic film became difficult, and the S/N ratio became a low value.

[0106] With the magnetic disk of No.10, the component mixed to CoO is replaced with Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>-CaO system glass, and it is referred to as SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>. Even if the component mixed to CoO changed, the inclination

was almost the same.

[0107] When the range of the amount of CoO(s) of the particle part in [ a table 4 to ] the inorganic compound film is 65 ~ 98wt% (for example, No.2-6 of a table 4, 8-11), a S/N ratio is 25 or more. Therefore, as a target for obtaining the film in the presentation range which can acquire such a property, 65 ~ 98wt% has the desirable amount of CoO(s).

[0108] Moreover, the width of face of a grain boundary phase is controllable by the rate in the target of the ingredient used as the grain boundary phase component of the inorganic compound film. By setting width of face of a grain boundary phase to 0.1~2nm, distance between the magnetic particles of a magnetic film can be made the optimal, and the interaction between the magnetic particles of a magnetic film can be reduced. And the magnetic disk which reduced the flux reversal unit at the time of record or elimination can be obtained by reducing the magnetic interaction between magnetic particle.

[0109] In this example, although CoO, Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>-CaO system glass and CoO, and SiO<sub>2</sub>+TiO<sub>2</sub> were shown, the oxide which has the crystal structure of a NaCl mold or a spinel mold instead of CoO may be used, moreover — as Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>-CaO system glass or the thing replaced with SiO<sub>2</sub>+TiO<sub>2</sub> — the [ periodic table ] — the same effectiveness is expectable with an I-V group's oxide, a nitride, and boride.

[0110] As mentioned above, the thickness of the matter which constitutes a particle and a grain boundary phase, concentration (presentation ratio), a membranous stacking tendency, particle diameter, and a grain boundary phase, distribution of a grain boundary, etc. are controllable by changing selection or the membrane formation conditions of an ingredient about each of the inorganic compound film, an interlayer, and a magnetic film. As for the crystal grain child of each film, it is most desirable to carry out crystal orientation so that it may be easy to take adjustment of a lattice constant mutually.

[0111] In addition, in this example, although the glass substrate was used as a substrate 1, ceramic glass, such as metallo materials, such as polymeric materials, such as polyethylens, polyester, polyolefine, a cellulose, a polyvinyl chloride, polyimide, and a polycarbonate, aluminum, an aluminum alloy, and a titanium alloy, and alumine glass, or such composites may be used. As a configuration of a substrate, the shape of the shape of the shape of the shape of a tape and a film and a sheet and a card and a drum etc. has in addition to disclosed.

[0112] There are a recording method within a field which divides roughly and forms record magnetization in film surface inboard, and a vertical recording method which forms record magnetization perpendicularly at a film surface in the information recording method of a magnetic-recording medium.

[0113] Co alloy of hexagonal close-packed structure etc. is used for the magnetic layer of the record medium within a field. Since Co alloy film has the uniaxial anisotropy which uses c axis as an easy axis, it carries out orientation of the c axis into a film surface.

[0114] Moreover, Co alloy of hexagonal close-packed structure etc. is used also for a vertical recording medium. In this case, orientation of the c axis is carried out at right angles to a film surface. The stacking tendency of a magnetic film is controllable also by formation of the interlayer formed between the inorganic compound film or the inorganic compound film, and a magnetic film. Therefore, this invention can be used for both the recording method within a field, and a vertical recording method.

[0115]

[Effect of the Invention] According to this invention, the crystal grain child of a magnetic film is detailed, becomes homogeneity particle size, and can perform high density record.

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

## [Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the outline diagram showing the cross-section structure of the magnetic-recording medium of an example 1.

[Drawing 2] It is the TEM photograph in which the typical structure of the inorganic compound film is shown.

[Drawing 3] It is the \*\*\* type perspective view showing the outline structure of a magnetic recording medium.

[Drawing 4] It is type section drawing showing the structure of the magnetic-recording medium of an example 4.

## [Description of Notations]

1 [ — A protective coat, 5 / — A magnetic-recording medium, 6 / — A particle, 7 16, 19 / — 8 A grain boundary phase, 9 / — An actuator, 10 / — The magnetic head, 11 / — A magnetic head arm, 12 / — A voice coil motor, 13 / — An interlayer, 14 / — 15 A magnetic particle, 18 / — A grain boundary, 17 / — Interlayer particle. ] — A substrate, 2 — The inorganic compound film, 3 — A magnetic film, 4

---

[Translation done.]

(10)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-319314

(P2001-319314A)

(43)公開日 平成13年11月16日 (2001.11.16)

(51)Int.Cl.<sup>1</sup>G 11 B 5/05  
C 23 C 14/06

14/34

識別記号

P I

G 11 B 5/05  
C 23 C 14/06

14/34

フ-3-1-(参考)

4 K 0 2 9  
L 5 D 0 6  
N 5 D 1 1 2  
C 5 E 0 4 9

A

審査請求 未請求 請求項の数17 O.L. (全 15 頁) 最終頁に統く

(21)出願番号 特願2000-370140(P2000-370140)

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(22)出願日 平成12年12月5日 (2000.12.5)

(72)発明者 中原 哲夫

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株

式会社日立製作所日立研究所内

(31)優先権主張番号 特願2000-58029(P2000-58029)

(72)発明者 小瀬 希三

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株

式会社日立製作所日立研究所内

(32)優先日 平成12年2月29日 (2000.2.29)

(74)代理人 100068504

弁理士 小川 駿男 (外1名)

(33)優先権主張国 日本 (JP)

最終頁に統く

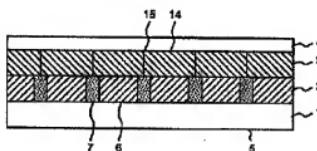
(54)【発明の名稱】 磁気記録媒体とその製法およびそれを用いた磁気記録装置

図 1

(57)【要約】

【課題】高密度記録が可能な磁気記録媒体の提供にある。

【解決手段】磁気記録媒体5は、基板1上に、シート層である無機化合物膜2、情報が記録される磁性膜3および保護膜4が積層形成され、無機化合物膜2は、柱状で結晶質の粒子6と、該粒子6を覆る非結晶質の粒界相7を有し、前述磁性膜3は磁性粒子14が配列しており、無機化合物膜2上に磁性膜3がエピタキシャル成長し、磁性膜3の磁性粒子14に無機化合物膜2の粒径、標準偏差形態が反映されている磁気記録媒体。



1…基板 2…無機化合物膜 3…磁性膜 4…保護膜  
6…粒子 7…粒界相 14…磁性粒子 15…粒界

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板と、該基板上に積層された複数の膜を有し、前記複数の膜は情報が記録される磁性膜を有する磁気記録媒体において、

前記基板と前記磁性膜との間に結晶質の粒子と、該粒子を取り囲む非結晶質の粒界相とを有する無機化合物膜が設けられており、

前記磁性膜は、結晶質の磁性粒子を含み、前記磁性粒子の平均粒径が4~15nm、粒径の標準偏差( $\sigma$ )が前記平均粒径の2.5%以下であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 基板と、該基板上に積層された複数の膜を有し、前記複数の膜は情報が記録される磁性膜を有する磁気記録媒体において、

前記基板と前記磁性膜との間に結晶質の粒子と、該粒子を取り囲む非結晶質の粒界相とを有する無機化合物膜が設けられており、

前記磁性膜は、結晶質の磁性粒子と該磁性粒子を取り囲む非結晶質の粒界相とを有し、前記磁性粒子の平均粒径が4~15nm、粒径の標準偏差( $\sigma$ )が前記平均粒径の2.5%以下であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項3】 基板と、該基板上に積層された複数の膜を有し、前記複数の膜は情報が記録される磁性膜を有する磁気記録媒体において、

前記基板と前記磁性膜との間に結晶質の粒子と、該粒子を取り囲む非結晶質の粒界相とを有する無機化合物膜が設けられており、

前記磁性膜は、N a C I型またはスピニル型の結晶構造の酸化物からなる第1構成成分と、周期律表の第1~V族の元素の酸化物、窒化物またはホウ化物からなる第2構成成分により構成され、

前記粒子および前記粒界相は、共に第1構成成分と第2構成成分を含み、前記粒子には前記粒界相よりも第1構成成分が多く含まれていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項4】 前記粒子は、第1構成成分である酸化物を65~98wt%と、前記第2構成成分である酸化物、窒化物またはホウ化物を3~2wt%含み、前記粒界相は第1構成成分である酸化物を50~90wt%と、第2構成成分である酸化物、窒化物またはホウ化物を50~10wt%含む請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 前記第1構成成分のN a C I型結晶構造の酸化物が、酸化コバルト(C o O)、酸化鉄(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、酸化マグネシウム、酸化マンガン、酸化チタン、酸化物または酸化ニッケルである請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 前記第1構成成分のスピニル型結晶構造の酸化物が、酸化コバルト(C o O<sub>2</sub>)、酸化鉄(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)である請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 前記粒子の平均粒径が4~15nm、粒径の標準偏差( $\sigma$ )が前記平均粒径の2.5%以下、前記粒子の短径/長径が0.7~1.0であり、粒界相の幅が0.1~2nmである請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項8】 前記磁性膜がC oを含む合金である請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項9】 前記磁性膜が、結晶質の磁性粒子と該磁性粒子を取り囲む非結晶質の粒界相とを有する請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項10】 前記粒界相が、周期律表の第1~V族の元素の酸化物、窒化物またはホウ化物を含む請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項11】 前記無機化合物膜と前記磁性膜との間に中間膜が設けられており、該中間膜は結晶質の中間膜粒子を含み、該中間膜粒子の平均粒径が4~15nm、粒径の標準偏差( $\sigma$ )が前記平均粒径の2.5%以下である請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項12】 前記中間膜は、結晶質の前記中間膜粒子と、該中間膜粒子を囲む非結晶質の粒界相を有する請求項11に記載の磁気記録媒体。

【請求項13】 基板上に積層された複数の膜と、該複数の膜が情報を記録する磁性膜を有し、前記基板と前記磁性膜との間に無機化合物膜が設けられた磁気記録媒体の製法において、

N a C I型またはスピニル型の結晶構造を有する酸化物で構成した第1のターゲットと、周期律表第1~V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種で構成した第2のターゲットとを、同時にスパッタして無機化合物膜を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製法。

【請求項14】 基板上に積層された複数の膜と、該複数の膜が情報を記録する磁性膜を有し、前記基板と前記磁性膜との間に無機化合物膜が設けられた磁気記録媒体の製法において、

N a C I型またはスピニル型の結晶構造を有する酸化物と、周期律表第1~V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種からなる化合物とを混合したターゲットとを、同時にスパッタして無機化合物膜を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製法。

【請求項15】 基板上に積層された複数の膜と、該複数の膜が情報を記録する磁性膜を有し、前記基板と前記磁性膜との間に無機化合物膜が設けられた磁気記録媒体の製法において、

C r、T a、N bの少なくとも1種の元素、C oおよびP tとからなる第1のターゲットと、周期律表第1~V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種からなる第2のターゲットとを、同時にスパッタして磁性膜を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製法。

【請求項16】 基板上に積層された複数の膜と、該複数の膜が情報を記録する磁性膜を有し、前記基板と前記磁性膜との間に無機化合物膜が設けられた磁気記録媒体

の製法において、

Cr, Ta, Nbの少なくとも1種の元素、CoおよびPtと、周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種の化合物との複合物からなるターゲットを、スパッタして磁性膜を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製法。

【請求項17】 請求項1, 2または3に記載の磁気記録媒体を用いたことを特徴とする磁気記録装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高性能、かつ、高信頼性の磁気記録媒体とその製法、並びに、それを用いた磁気記録装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 特開平10-177712号公報は、ガラス基板上にTaとNbとからなる第1下地層、Crを主成分とする第2下地層、および、磁性層を積層した磁気記録媒体で、第1下地層は、第2下地層および磁性層の粒子サイズを調整する役割を果たし、第1の下地層の微細な結晶をそのまま反映する形で、第2下地層および磁性層が形成されるので、高保磁力および低ノイズの両特性を満足することを記載されている。

【0003】 特開平6-259743号公報は、非磁性基板上に、Na-C1型結晶構造を持つ第2下地層、体心立方構造を持つ第1下地層、および、六方最密充填構造を持つ磁性膜を積層した磁気記録媒体で、磁性層の結晶配向性が向上することが記載されている。

【0004】 特開平7-311929号公報は、Ni-P下地層上に磁性薄膜を形成した磁気記録媒体で、磁性薄膜を構成する結晶粒子が粒径非金属相を含む結晶粒界部により分離されており、高保磁力と低い媒体ノイズ特性とを有することが記載されている。

【0005】 また、特開平11-66533号公報は、Cr, Pt, Ta, Ni, Ti, Ag, Cu, Al, Au, W, Mo, Nb, V, Zr, Znのうち1種の金属、または、2種以上の合金の非磁性下地層上に磁性薄膜を形成した磁気記録媒体で、磁性膜は、多数の磁性粒子が、磁性粒子と同一構成元素からなる粒界相によって隔てられた構造を有しており、ノイズ特性、保磁力等の磁気特性に優れていることが記載されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、前記の従来技術では、磁気ディスク媒体を構成する磁性膜の磁性粒子サイズおよび結晶粒子サイズの分布の制御に限界があり、磁性膜中に粒径粒子と粗大粒子が共存している。このような磁性膜に情報を記録する際には、微細な磁性粒子が周囲の粗大粒子からの漏洩界面の影響を受けたり、大きな磁性粒子間で相互に作用したりして、ノイズが発生することがあった。20Gb/inch<sup>2</sup>を超える超高密度記録を行う場合に、このようなノイズが発生す

ると、安定した記録を行うことができない。

【0007】 本発明の目的は、高密度記録を安定して行うことができる磁気記録媒体、および、その製法を提供することにある。

【0008】 また、上記の磁気記録媒体を用いた磁気記録装置の提供にある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明では、結晶性粒子と、結晶性粒子を取扱う非晶質の粒界相とからなる無機化合物膜上に、磁性膜を成長させると、無機化合物膜の結晶性粒子の粒径および粒径分布(粒径の均一さ)が、磁性膜の磁性粒子の粒径および粒径分布に反映されることを見出した。

【0010】 そして、無機化合物膜の結晶性粒子の粒径分布を小さくすること、即ち、無機化合物膜の結晶性粒子を微細な均一粒径で制御することによって、粒径が均一で微細な磁性粒子が規則的に配列されて、高密度記録を安定して行える磁性膜を得ることができることを見出した。

【0011】 また、磁性膜、結晶性の磁性粒子と磁性粒子との粒界に析出した析出物(粒界相)とからなる場合に、磁性膜の磁性粒子はより微細で、粒径が均一となることを見出した。

【0012】 また、無機化合物膜と磁性膜との間に中間膜を設けてもよく、中間膜の結晶性粒子の粒径および粒径分布を制御することによって、磁性膜の粒子構造が制御できること、中間膜が結晶性粒子と結晶性粒子の粒界に析出した析出物(粒界相)とからなる場合には、特に、磁性膜の結晶性粒子はより微細で粒径が均一となることを見出した。本発明の要旨は次のとおりである。

【0013】 (1) 基板と、該基板上に積層された複数の膜を有し、前記複数の膜は情報が記録される磁性膜を有する磁気記録媒体において、前記基板と前記磁性膜との間に結晶質の粒子と、該粒子を取り囲む非晶質の粒界相とを有する無機化合物膜が設けられており、前記磁性膜は結晶質の磁性粒子を含み、前記磁性粒子の平均粒径が4～15nm、粒径の標準偏差(σ)が前記平均粒径の2.5%以下である磁気記録媒体である。

【0014】 (2) 前記磁性膜は、結晶質の磁性粒子と該磁性粒子を取り囲む非晶質の粒界相とを有する前記磁気記録媒体にある。

【0015】 (3) 前記無機化合物膜はNa-C1型またはスピニル型の結晶構造の酸化物からなる第1構成成分と、周期律表の第1～V族の元素の酸化物、窒化物またはホウ化物からなる第2構成成分により構成され、前記粒子および前記粒界相は、共に第1構成成分と第2構成成分を含み、前記粒子には、前記粒界相よりも第1構成成分が多く含まれている前記磁気記録媒体にある。

【0016】 本発明の磁気記録媒体に適する無機化合物膜としては、(a) Na-C1型あるいはスピニル型の結

晶構造を持つ酸化物を形成する第1構成成分、および、(b) 周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物より選ばれた第2構成成分の少なくとも1種を含む無機化合物膜である。

【0017】NaCl型結晶構造を持つ酸化物として、特に、酸化コバルト(  $\text{CoO}$  )、酸化鉄(  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  )、酸化マグネシウム、酸化マンガン、酸化チタン、酸化錳あるいは酸化ニッケルより選ばれた少なくとも1種がよい。

【0018】また、スピネル型結晶構造を持つ酸化物としては酸化コバルト(  $\text{Co}_2\text{O}_4$  )、酸化鉄(  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  )がよい。

【0019】無機化合物膜の結晶性粒子は、(a) : (b) = 6.5～9.8 wt % : 3.5～2 wt %で、粒界相は、(a) : (b) = 5.0～9.0 wt % : 5.0～1.0 wt %で、結晶粒子、粒界相共に(a)および(b)を含むもの用いるよい。このとき、無機化合物膜の結晶性粒子には粒界相より常に(a)が多く存在し、粒径が4～15 nm、粒径の標準偏差(  $\sigma$  )が平均粒径の2.5%以下であり、短径/長径が0.7～1.0の範囲で、粒界相の幅は0.1～2 nmとなる。

【0020】無機化合物膜上に形成される磁性膜には、Coを主体とし、PtおよびCr、Ta、Nbの少なくとも1種の元素を含む金属からなる磁性膜を用いる。この強磁性膜は、Coを主体とする結晶性粒子と、結晶性粒子の粒界にCr、Ta、Nbの少なくとも1種の元素が析出している構造を有する。

【0021】磁性膜の磁性粒子の粒径および粒径分布は、無機化合物膜の粒子構造を反映して、無機化合物膜のものとほぼ同じとなる。従って、磁性粒子が微細で均一粒径の磁性膜を得られる。

【0022】磁性粒子の粒界には、周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種が析出しているよい。この場合、磁性膜の磁性粒子の粒径および粒径分布は、無機化合物膜の粒子構造を反映し、磁性膜の磁性粒子は、径が4～15 nm、短径/長径が0.7～1.0の範囲で、径の標準偏差(  $\sigma$  )が平均粒径の2.5%以下となる。

【0023】また、磁性膜の磁性粒子の格子定数と、無機化合物膜の粒子の格子定数との差が、±10%以内であると、磁性膜の磁性粒子の粒径および粒径分布は、無機化合物膜の粒子構造を反映する。

【0024】無機化合物膜と磁性膜との間に形成される中間膜には、Cr系の金属膜を用いる。中間膜の金属粒子の粒径および粒径分布は、無機化合物膜の粒子構造を反映し、磁性膜の磁性粒子の粒径および粒径分布は、中間膜の金属粒子の粒子構造を反映する。即ち、磁性膜の磁性粒子の粒径および粒径分布は、無機化合物膜のものとほぼ同じになり、磁性粒子が微細で均一粒径の磁性膜が得られる。

【0025】また、中間膜もCr系の金属粒子の粒界に周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種が析出しているよい。この場合、磁性膜の磁性粒子の粒径および粒径分布は、無機化合物膜の粒子構造を反映する。

【0026】

【発明の実施の形態】【製法】本発明の無機化合物膜の製法について説明する。基板上に無機化合物膜を形成するには、

10 (A) NaCl型結晶構造あるいはスピネル型結晶構造を持つ酸化物からなるターゲット  
(B) 周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種からなるターゲット  
の2つのターゲットを用いて同時にスパッタを行うか、(A)と(B)を混合した混合ターゲットを用いてスパッタを行う。

【0027】無機化合物膜上に磁性膜を形成するには、Coを主体とし、PtおよびCr、Ta、Nbの少なくとも1種とからなるターゲットと、周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種からなるターゲットと、周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種からなるターゲットと、周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の内より選ばれた少なくとも1種3.5～2 wt %となるように、ターゲットの面積比または混合比を調整しておくとよい。

【0028】スパッタを行うと無機化合物膜の結晶性粒子の上に、磁性膜の磁性粒子がエビタキシャル成長して、磁性粒子が微細で均一粒径の磁性膜が得られる。

【0029】無機化合物膜上にCr系金属の中間膜を形成するには、Cr系金属からなるターゲットと、周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種からなるターゲットとを同時にスパッタするか、これらの原材料を混合した混合ターゲットを用いてスパッタする。

【0030】このとき、Cr系金属の6.5～9.8 wt %に対し、周期律表第1～V族の酸化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種を3.5～2 wt %となるように、ターゲットの面積比または混合比を調整しておくとよい。

【0031】スパッタを行うと無機化合物膜の結晶性粒子の上に、中間膜の結晶性粒子がエビタキシャル成長して、結晶性粒子が微細で均一粒径の中間膜が得られる。この中間膜の上に上述したように磁性膜をスパッタすれば、中間膜の結晶性粒子の上に、中間膜の磁性膜の結晶性粒子がエビタキシャル成長して、結晶性粒子が微細で均一粒径の磁性膜が得られる。

【0032】磁性粒子の成長を円滑に行なうためには、無機化合物膜または中間膜の結晶性粒子の結晶構造が、磁性膜を構成する磁性粒子の構造と同一あるいは類似の構造

であることが好ましい。

【0033】ここで類似とは、磁性膜を構成する磁性粒子の格子定数に対する無機化合物膜および中間層の結晶粒子の格子定数の差が±10%以内であることを云い、より結晶の成長を円滑に行うためには±5%以内が望ましい。

【0034】以上により、磁性膜の磁性粒子が微細で均一粒径となり、ノイズ、熱漏らぎや熱減磁を低減でき、磁化反転単位をより小さくできるので、高密度記録を行うことができる。

【0035】例え、磁性膜の磁性粒子の径が4~15 nm、短径/長径が0.7~1.0の範囲で、粒子径の標準偏差(σ)が平均粒子径の2.5%以下となり、保磁力が30000e以上で、磁化反転単位が100nm以下、20Gb/inch<sup>2</sup>以上の密度で記録を行うことができる。

【0036】なお、磁化反転単位とは、反転の最小単位を磁性膜の磁性粒子1つであると仮定し、記録や消去を行つた場合に何個分の磁性膜の磁性粒子に相当するかを磁気力顕微鏡(MFM)などによる観察により決めることができる。

【0037】【実施例 1】図1に本実施例における磁気記録媒体の模式断面図を示す。磁気記録媒体5は、基板1上に、シード層である無機化合物膜2、情報が記録される磁性膜3、保護膜4を積層したものである。無機化合物膜2は柱状で結晶質の粒子6と、粒子6を隔てる非結晶質の界面7から成り、磁性膜3は磁性粒子14

が配列して構成されている。本発明では、粒子と粒子の境界を粒界と呼び、特に、粒界に非結晶質の物質が析出していて幅を有するときは、これを粒界幅8と云う。図1の磁性膜3は、磁性粒子14と磁性粒子14との間に粒界15を有する。

【0038】基板1として2.5インチ径のガラス基板を用いた。無機化合物膜2は、酸化コバルト(Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)、硝酸ターゲット、および、酸化シリコン(SiO<sub>2</sub>)と酸化チタン(TiO<sub>2</sub>)をモル比で2:1に混合して焼結したターゲットを用いて同時スパッタ法によつて、30nm膜厚に形成されている。

【0039】スパッタ時の放電ガスには純Arを使用し、放電ガス圧力は2mTorr、投入高周波電力は酸化コバルト側を100~1000W/100mmφ、SiO<sub>2</sub>とTiO<sub>2</sub>側を100~1000W/100mmφとした。

【0040】無機化合物膜2の膜厚は5~50nmがよい。膜厚が5nm未満では、無機化合物膜が基板の表面構造の影響によつて、無機化合物膜の特性を十分に示さない。膜厚が5~50nmになると無機化合物膜の特性を十分に示すので、磁気記録媒体の下地膜として十分な厚さである。

【0041】表1に、ターゲットと投射電力を変えて同時スパッタ法で行ったときの、得られた無機化合物膜の組成および粒子の結晶性を示す。

【0042】

【表1】

表 1

NO.	CeO <sub>x</sub>	SiO <sub>2</sub> +TiO <sub>2</sub> 混合量 (2 wt%)	無機化合物膜組成(%)			無機化合物膜			結晶性 標準偏差 ( $\sigma$ )	粒子粒径 平均値 (nm)	標準偏差 粒子粒径 ( $\sigma$ )	結晶性
			SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	CoO	標準偏差 表面積 ( $\sigma$ )	標準偏差 表面積 ( $\sigma$ )	標準偏差 表面積 ( $\sigma$ )				
1	100	100	GeO <sub>2.85</sub>	SiO <sub>2.90</sub> +TiO <sub>2.20</sub>	CoO <sub>0.83</sub>	8.3	14.2	0.90	○	-	-	-
2	200	100	GeO <sub>2.88</sub>	SiO <sub>2.91</sub> +TiO <sub>2.22</sub>	CoO <sub>0.86</sub>	8.6	12.3	0.92	○	-	-	-
3	300	100	GeO <sub>2.93</sub>	SiO <sub>2.95</sub> +TiO <sub>2.25</sub>	CoO <sub>0.9</sub>	9	11.2	0.93	○	-	-	-
4	300	100	GeO <sub>2.96</sub>	SiO <sub>2.93</sub> +TiO <sub>2.27</sub>	CoO <sub>0.92</sub>	9.2	13.2	0.92	○	-	-	-
5	700	100	GeO <sub>3.08</sub>	SiO <sub>2.97</sub> +TiO <sub>2.2</sub>	CoO <sub>0.93</sub>	14.2	17.5	0.81	○	-	-	-
6	1000	100	GeO <sub>3.05</sub>	SiO <sub>2.95</sub> +TiO <sub>2.5</sub>	CoO <sub>0.90</sub>	18.6	25.6	0.65	○	-	-	比較的
7	200	400	GeO <sub>3.05</sub>	CoO <sub>0.93</sub>	SiO <sub>2.97</sub> +TiO <sub>2.7</sub>	8.1	12.8	0.89	○	-	-	-
8	200	800	GeO <sub>3.02</sub>	CoO <sub>0.90</sub>	SiO <sub>2.97</sub> +TiO <sub>3.0</sub>	7.2	18.6	0.68	○	-	-	-
9	200	1000	GeO <sub>3.05</sub>	CoO <sub>0.90</sub>	SiO <sub>2.95</sub> +TiO <sub>3.0</sub>	6.2	21.2	0.89	○	-	-	比較的
10	170	1000	GeO <sub>3.03</sub>	CoO <sub>0.95</sub>	SiO <sub>2.97</sub> +TiO <sub>3.5</sub>	-	-	-	×	-	-	比較的
11	300	0	CoO <sub>1.00</sub>	-	-	20.3	28.1	0.50	○	-	-	比較的

【0043】いずれの無機化合物膜も酸化コバルトを含む粒子6が分散されており、粒子6はN a C I型結晶構造を有する酸化物であった。No. 1～5, 7～9は、粒界に粒界相7を持つが、No. 6, 11は粒界相7を持たなかった。また、No. 10は粒子の結晶性が悪く、粒子、粒界の判別が困難であった。

【0044】No. 1～11の無機化合物膜の粒子6のうち、No. 1以外は結晶性がよく平均粒子径はNo. 6, 11以外は1.5 nm以下、標準偏差( $\sigma$ )／粒径×1.00の値は2.5%以下であった。なお、No. 10は前述したように結晶性が悪いために粒子、粒界がはっきり

り判別できず、評価不能であった。

【0045】No. 6, 10, 11のように、粒子6の部分の組成がCoO成分が6.5～9.8 wt %、SiO<sub>2</sub>+TiO<sub>2</sub>成分が3.5～2 wt %の範囲を外れると、粒子6の結晶性が低下したり、粒径の標準偏差( $\sigma$ )が大きくなってしまって無機化合物膜としての特性が得られない。

【0046】図2に、No. 3の表面を透過型電子顕微鏡(TEM)で観察した画像を示す。平均粒子径が9 nmの粒子6が規則的に配列していた。No. 3以外の無機化合物膜についても同様にTEM観察をした結果、比較例以外は粒子6の間隔、即ち、粒界7の幅は0.1～

2 nm であった。

【0047】粒子6の径としては、図2のようなTEM観察写真的粒子約300個の面積を測定し、個々の面積を円近似したときの直径の平均値を求めた。粒子6には格子像が確認されたので、粒子6は結晶質であり、粒界相7には格子像が確認されなかつたので、粒界相7は非結晶質であることが分かった。

【0048】粒子6と粒界相7の組成をFE-TEM(フィールドエミッション型TEM)のEDX(エネルギー分散型X線分析装置)で測定した。粒子6はビーム径を約5 nm、また、粒界相7はビーム径を約0.5 nmに絞って測定した。

【0049】No.3の粒子6はNaC1型結晶構造を有する酸化カルボンが9.3 wt%であり、他はSiO<sub>2</sub> + TiO<sub>2</sub>が7.5 wt%、残部がSiO<sub>2</sub>とTiO<sub>2</sub>であった。他の試料についても同様に分析した結果、比較以外は粒子部分はCoOが6.5~9.8 wt%、粒界相部分はCoOが5.0~9.0 wt%の範囲にあり、残部はSiO<sub>2</sub>とTiO<sub>2</sub>であった。粒子6の粒子径分布を求めたところ、標準偏差(σ)／平均粒径×100がNo.6, 1, 0, 11以外は2.5%以下であり、径が均一であった。

【0050】次に、表1のNo.1~11の無機化合物膜2上に、スパッタ法により1.2 nm膜厚のCo<sub>6</sub>C<sub>1</sub>9Pt<sub>1</sub>2膜(原子%)を磁性膜3として形成した。スパッタ時のターゲットにはCo-Cr-Pt合金を、放電ガスには純Arを使用した。放電ガス圧力は、3.0 mTorr、投入DC電力は3000 W/1000 mm<sup>2</sup>である。

【0051】次いで、磁性膜3上に開孔5 nmのカーボン(C)膜を保護膜4として形成した。スパッタ時の条件は、放電ガスがAr、放電ガス圧力が5 mTorr、投入DC電力は800 W/1000 mm<sup>2</sup>である。本実施例では放電ガスにArを使用したが、窒素を含むガスを用いてもよく、この場合には保護膜4が酸化する。

【0052】磁性膜3の表面および断面を電子顕微鏡により観察したところ、表1の無機化合物膜2上に形成した磁性膜3はNo.9以外にはエビタキシャル成長しておらず、無機化合物膜2の粒子6と磁性膜3の磁性粒子14はほぼ同じサイズであった。

【0053】磁性粒子14の粒子径分布を求めたところ、標準偏差(σ)／平均粒径×100がNo.6, 1, 0, 11以外は2.5%以下であり、径が均一であった。これは、磁性膜3の磁性粒子14に、無機化合物膜2の粒径、標準偏差形態が反映されているためである。

【0054】これらの磁性膜3の磁気特性を測定した結果、No.6, 10, 11以外は保磁力が3.0~3.8 kOe、M-Hループ(ヒステリシスループとも云う:強磁性材料に磁界Hを印加しながら磁化Mを測定した際に描く曲線)におけるヒステリシスの角型性の指標であ

る保磁力角型比S\*が0.75~0.88であり、良好な磁気特性を有していた。これは、磁性膜3の磁性粒子14の径が小さく、均一であるためと考えられる。一方、No.6, 10, 11の磁性膜の保磁力は2~2.50 kOeであった。

【0055】表1のNo.6, 10, 11の無機化合物膜2上に設けられた磁性膜については、上述のように無機化合物膜の粒子の結晶性が低くかったり、その粒径の標準偏差が大きい等で、磁性膜の粒径も標準偏差が大きくなり磁気特性が劣っていた。

【0056】次に、保護膜4の表面に潤滑剤を塗布した後、磁気記録媒体5を磁気記録再生装置に組み込み、記録再生特性を評価した。図3は、磁気記録再生装置の概略を示す斜視図である。

【0057】磁気記録再生装置は、磁気記録媒体5、磁気記録媒体5を回転運動する駆動部8、磁気ヘッド10を駆動する駆動部9とを有する。

【0058】磁気ヘッド10は、再生ヘッドと記録ヘッドを有し、記録ヘッドは上部磁気コアと下部磁気コアおよびギャップ膜を有している。ここで、記録ヘッドのギャップ膜には2.1 Tの高磁和密度を有する軟磁性膜を用い、ギャップ長は0.15 μmである。また、再生ヘッドには巨大磁気抵抗効果を有する磁気ヘッドを用いた。

【0059】磁気ヘッド10の記録媒体対向面と、磁気記録媒体5の磁性膜との距離は20 nmである。磁気記録媒体5に20 Gb/inch<sup>2</sup>に相当する信号を記録し、S/Nを評価した。表1のNo.6, 10, 11以外の無機化合物膜2に形成した磁性膜3では、2.7~3.6 dBの再生出力が得られた。一方、表1のNo.6, 10, 11の無機化合物膜2に形成した磁性膜3では1.7~1.9 dBの再生出力であった。

【0060】ここで、磁気力矩微鏡(MFM)により磁性膜の磁化反転単位を測定したところ、表1のNo.6, 10, 11以外の無機化合物膜2に形成した磁性膜3では4~5個程度の磁性粒子14が磁化反転単位であり、磁化反転単位が十分小さいことが分かった。

【0061】また、磁気力矩微鏡(MFM)により測定した磁気記録媒体5のトラックの磁化遷移領域に存在するジグザグパターンの幅も0.1 μmと記録ヘッドのギャップ長以下であり、著しく小さかった。また、熱振らぎや熱による減波も発生しなかった。

【0062】これは、磁性膜3の磁性粒子14の径が均一であるので、磁性粒子14同士の磁気の相互作用が低減されたことに起因している。なお、ジグザグパターンの幅は、必ずしもトラック全間にわたってギャップ長以下である必要はないが、全間にわたってギャップ長以下であることが理想である。このとき、磁気記録媒体のノイズを著しく低減することができる。

【0063】また、本実施例の磁気記録再生装置では、

ジグザグパターンの幅が従来よりも小さくなつた分、トラック間の距離を小さくし、20Gb/inch<sup>2</sup>を超える高密度記録を行うことができる。

【0064】なお、本実施例では基板1としてガラス基板を使用したが、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>やAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>合金基板、あるいは、合成樹脂製基板を用いることも可能で、基板サイズを変えることもできる。また、基板の表面を改質するために、Ni<sub>3</sub>PやCoCrZrなどの層を形成してもよい。

【0065】また、磁性粒子の磁性粒子成分としてCoを主体としCr、Ta、Nbの1種の元素とP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、あるいはNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を

\*は、その他の元素を含むものも用いことができる。

【0066】【実施例2】本実施例では、図1の無機化合物膜2を表2のN. 1~10に示すターゲットを用いて形成した。ターゲット1は、Ni<sub>3</sub>O、Fe<sub>2</sub>O、MgO、TiO<sub>2</sub>、MnO、Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>、Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>あるいはこれらの混合物から選んだ焼結ターゲットである。ターゲット2はソーダライム(Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>-CaO系)ガラスの溶融ターゲットである。

【0067】

【表2】

NO.	ターゲット1 (W)	ターゲット2 (W)	無機化合物膜2の表面			無機化合物膜2			吸光度 子厚X1000	無機化合物膜2の表面 子厚X1000
			結晶性 NCO100	結晶性 NCO100	平均粒度 (nm)	結晶性 NCO100	結晶性 NCO100	平均粒度 (nm)		
1	NO	—	—	—	23	25.5	21	21	—	—
2	NO 300W	—	NiO85 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 15 100W	NiO2.0 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 1.2 100W	12.3	16.1	12.2	16.1	—	—
3	FeO 300W	—	FeO85 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 15 100W	FeO2.0 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 2.7 100W	11.5	16.3	11.7	15.9	—	—
4	FeO+1-0-0 300W	—	FeO85 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 15 100W	FeO+FeO85 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 15 100W	10.5	17.4	10.3	16	—	—
5	Na <sub>2</sub> O 300W	—	Na <sub>2</sub> O87 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 13 100W	Na <sub>2</sub> O80 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 20 100W	12.4	16.0	11.7	13.2	—	—
6	— TiO 300W	—	— TiO85 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 15 100W	— TiO69 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 31 100W	13.2	9.2	11.2	16.9	—	—
7	Na <sub>2</sub> O 300W	—	Na <sub>2</sub> O81 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 19 100W	Na <sub>2</sub> O81 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 19 100W	11.5	20.1	14.2	13.9	—	—
8	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> +1-0-0 200W	—	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 80 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 20 100W	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 80 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 20 100W	9	13.2	12.9	14.4	—	—
9	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 300W	—	— Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 82 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 18 100W	— Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 82 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 18 100W	8.5	15	7.2	17	—	—
10	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 300W	—	— Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 85 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 15 100W	— Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 85 Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 15 100W	8.3	16.5	8.8	17.6	—	—

【0068】無機化合物膜2の表面を電子顕微鏡で観察すると、N. 1~8の無機化合物膜2はNaCl型結

品構造を有する酸化物、No. 9~10はスピニル型の酸化物を含む結晶粒子6が分散されている。

【0069】No. 2~10は、粒子6の粒径が6.5~13.2 nm、粒子の短径/長径が0.7~1.0、粒径の分布の標準偏差( $\sigma$ )も平均粒径の9.2~20.1%と小さく、粒径が均一であった。なお、No. 1は、平均粒径が23 nmであり、粒径の分布の標準偏差( $\sigma$ )も平均粒径の2.5%を超えるものであった。

【0070】No. 2~10の無機化合物膜は、粒子6の粒界に非晶質の酸化物が析出し、粒界相7を有するが、No. 1には、明確な粒界相が観察されなかった。

【0071】表2の無機化合物膜2の上に磁性膜3を形成すると、No. 2~10の磁性膜3の磁性粒子14は、無機化合物膜2の粒径、標準偏差形態を反映したものになった。

【0072】しかし、No. 1の磁性膜には反映されず、磁性粒子の粒径が1.5 nm以上で粒径の分布の標準偏差( $\sigma$ )も平均粒径の2.5%を超えるものとなつた。従つて、20 Gb/inch<sup>2</sup>を超える高密度記録を行うには、No. 2~10の無機化合物膜がほしい。

【0073】以上より、NaCl型あるいはスピニル型結晶構造を有する酸化物を含む結晶粒子6と、非晶質の粒界相からなる無機化合物膜を用いることにより、高密度記録が可能な磁気記録媒体を形成することができる。

【0074】【実施例 3】本実施例では、図1の基板1上に、酸化コバルト(CoO)ターゲットと、SiO

、-Na<sub>2</sub>O-CaOを主要成分とするソーダライム系ガラスにSi, Ni, Ti, N, Fe, BまたはCo, Bを添加したターゲットとを用いて、同時スパッタ法により30 nm膜厚の無機化合物膜2を形成した。

【0075】スパッタ時の放電ガスには純Arを使用し、放電ガス圧力は2 mTorr、投入高周波電力は酸化コバルト剤を300 W、ソーダライム系ガラスのターゲット剤を200 Wとした。

【0076】成膜中は基板を300°Cに加熱した。無機化合物膜の表面をTEMにより観察したところ、平均粒径は9.8~12.5 nm、短径/長径が0.7~1.0の結晶粒子と、その結晶粒子の周囲に非晶質の粒界相が存在していることが分かった。また、粒子は結晶化しており、該粒子の粒径の分布( $\sigma$ )は平均粒径の11.9~20.1%であった。

【0077】粒界相には、SiO<sub>2</sub>、Na<sub>2</sub>OおよびCaOと、添加したSi, Ni, Ti, N, Fe, BまたはCo, Bの成分が含まれていた。粒界相の厚さは0.5~1.0 nmであった。ターゲットにSi, Ni, Ti, N, Fe, BまたはCo, Bを添加することにより、粒界相を厚くすることができる。

【0078】(実施例 4) 本実施例では、実施例1のNo. 3と同じ条件で無機化合物膜2を形成した基板1を用いて、表3に示すような磁気記録媒体を形成することを試みた。

【0079】

【表3】

表 3

NO.	中間膜市ターゲット		磁性記録媒体		粒度分布 平均粒子 径 (nm)	平均粒子 径 (nm)	平均粒子 径 (nm)	平均粒子 径 (nm)
	ターゲット1	ターゲット2	ターゲット1	ターゲット2				
1	Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	10.5	20.1	Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	10.5	20.0
2	Cr <sub>0.9</sub> Ti <sub>0.1</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	12.3	18.1	Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	10.3	19.5
3	Cr <sub>0.9</sub> Ti <sub>0.1</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	11.5	17.9	Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	11.5	18.3
4	Cr <sub>0.7</sub> Ti <sub>0.3</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	11.2	17.3	Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	10.8	18.2
5	Cr <sub>0.9</sub> Ti <sub>0.1</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> (SiO <sub>2</sub> 100nm) 300W	10.5	14.9	—	Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	10.3	14.9
6	Cr <sub>0.9</sub> Ti <sub>0.1</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> (SiO <sub>2</sub> 100nm) 300W	10.5	14.9	—	SiO <sub>2</sub> 100nm Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	10.5	13.4
7	中間膜を形成せずに、磁性媒体を直接無機化物膜上に形成する。		Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	SiO <sub>2</sub> 100nm Cr <sub>0.9</sub> Cr <sub>0.1</sub> Ti <sub>0.5</sub> Cr <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> 300W	—	10.5	13.4

【0080】No.1～4の磁気記録媒体は、無機化合物膜2上に、CrとTiの組成比を変えた中間膜4を形成し、中間膜4上に磁性膜3を形成した。図4(a)にNo.1の磁気記録媒体の模式断面図を示す。

【0081】中間膜は、Cr-Ti合金ターゲットを用いて、スパッタ法により形成し、その膜厚は10nmである。スパッタ時の放電ガスには純Arを使用し、放電ガス圧力は3mTorr、投入DC電力は800W/150mm<sup>2</sup>である。

0mmである。

【0082】磁性膜は、Co-Cr-Pt合金ターゲットを用いて、スパッタ法により形成し、その膜厚は12nmである。スパッタ時の放電ガスには純Arを使用し、放電ガス圧力は3mTorr、投入DC電力は800W/100mm<sup>2</sup>である。

【0083】表3に示すように、No.1～4の磁気記録媒体の中間膜1は、無機化合物膜2の粒子径および

その分布を反映して、良好な平均粒子径および粒径分布を示した。また、磁性膜 3 も中間膜 1 3 の粒子径およびその分布を反映して、良好な平均磁性粒子径および粒径分布を示した。

【0084】図 4 (a) に示す中間膜 1 3 は、中間膜粒子 1 7 が配列しており、中間膜粒子同士の間に粒界 1 8 がある。

【0085】また、中間膜 1 3 の格子定数は、T 1 濃度によって制御することができ、中間膜 1 3 の格子定数が無機化合物膜の格子定数と磁性膜の格子定数との間の値になるように T 1 濃度を調整すれば、より容易、かつ、確実に、無機化合物膜→中間膜→磁性膜と各膜を成長させることができる。

【0086】図 4 (a) に示す磁性膜 3 は、磁性粒子 1 4 が配列しており、磁性粒子同士の間に粒界 1 5 がある。

【0087】No. 5 の磁気記録媒体は、無機化合物膜 2 上に、結晶質の中間膜粒子 1 7 と非晶質の粒界相 1 9 からなる中間膜 1 3 を形成し、中間膜 1 3 上に磁性膜 3 を形成した(図 4 (b))。

【0088】中間膜 1 3 は No. 2 の磁気記録媒体の中間膜形成で用いた Cr 90 T 1 0 の合金ターゲットと、酸化シリコンと酸化チタンをモル比で 1 : 1 に混合して焼結したターゲットとを用い、同時にスパッタを行って形成した。

【0089】磁性膜 3 は、No. 1 ~ 4 の磁気記録媒体の磁性膜と同様に形成した。No. 5 の磁気記録媒体の磁性膜 3 は、No. 1 ~ 4 の磁気記録媒体の磁性膜 3 に比べて磁性粒子径分布が良好であった。

【0090】No. 6 の磁気記録媒体は、No. 5 の磁気記録媒体と同様に中間膜 1 3 を形成し、中間膜 4 上に結晶質の磁性粒子 1 4 と非晶質の粒界相 1 6 からなる磁性膜 3 を形成した。図 4 (c) に示す磁性膜 3 は、磁性粒子 1 4 が配列しており、磁性粒子同士の間に粒界相 1 6 がある。

【0091】磁性膜 3 は、No. 1 ~ 4 の磁性膜形成で用いた Co-Cr-Pt 合金ターゲットと、酸化シリコンと酸化チタンをモル比で 1 : 1 に混合して焼結したターゲットを用いて、同時にスパッタ法により形成した。No. 6 の磁気記録媒体の磁性膜 3 は、No. 1 ~ 4 の磁気記録媒体の磁性膜 3 に比べて、磁性粒子径分布が良好であった。

【0092】No. 7 の磁気記録媒体の磁性膜 3 は、中間膜を設けずに、無機化合物膜 2 上に直接、結晶質の磁性粒子と非晶質の粒界相からなる磁性膜 3 を形成した。

【0093】図 4 (d) に示す磁性膜 3 は、磁性粒子 1 4 が配列しており、磁性粒子 1 4 同士の間に粒界相 1 6 がある。磁性膜 3 は、No. 6 の磁気記録媒体の磁性膜と同様に形成した。No. 7 の磁気記録媒体の磁性膜 3

は、No. 1 ~ 4 の磁気記録媒体の磁性膜 3 に比べて、磁性粒子径分布が良好であった。

【0094】No. 1 ~ 7 の磁気記録媒体の各膜の表面と断面を TEM で観察した結果、いずれの磁気記録媒体の中間膜 1 3 および磁性膜 3 が、無機化合物膜 2 上にエビタキシャルに成長していた。しかし、No. 6, 7 のように、磁性粒子 1 4 と粒界相 1 6 を有する磁性膜 3 を形成した場合の方が、磁性粒子径分布がより良好であった。

10 【0095】本実施例では、無機化合物膜 2 と磁性膜 3 との整合性を改善するために中間膜 1 3 の有効性を Cr-T 1 合成合金材料を用いて示したが、Cr-T 1, V, Mn, B, Wなどを加えた合金系でも同様な効果が得られる。

【0096】無機化合物膜の形成により、その上に形成する中間膜の粒径およびその分布制御が良好にできる。さらに、中間膜にも中間膜形成粒子成分と粒界相形成成分を共存させることにより、中間膜の粒径、および、その分布制御が良好にできる。

20 【0097】即ち、無機化合物膜、中間膜の形成により、その上に形成する磁性膜の粒径およびその分布制御が良好にでき、磁性膜にも磁性粒子成分と粒界相形成成分を共存させることによって、さらに磁性膜の粒径、および、その分布制御が良好にできる。

【0098】【実施例 5】本実施例では、表 4 の No. 1 ~ 1 2 に示す磁気ディスクを製造した。

【0099】No. 1 ~ 1 2 に示す磁気ディスクの無機化合物膜を形成するために、ターゲットを次のように作製した。

30 【0100】平均粒径 2.3 と 3.2  $\mu\text{m}$  の酸化コバルトに、Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>-CaO 系ガラス、または、試薬特級の SiO<sub>2</sub> と TiO<sub>2</sub> の混合物 (SiO<sub>2</sub> と TiO<sub>2</sub> のモル比は 1 : 1) を表 4 に示す割合で配合した。これらの配合物にエチルアルコールを添加してスラリー状の均一な混合物にした後、スプレードライヤーで乾燥、造粒した。この造粒物を加圧成形し、ホットプレス焼結してターゲットとした。

【0101】各ターゲットを用いて高周波スパッタリング法により、厚さ 30 nm の無機化合物膜を形成した。

40 各無機化合物膜の結晶性と平均粒径および標準偏差/平均粒径を表 4 に示す。

【0102】また、各無機化合物膜上に厚さ 10 nm の磁性膜 (Co 69 Cr 19 Pt 12) を形成した。得られた媒体(磁気ディスク)を用いた磁気ディスク装置により 20 Gb/in<sup>2</sup>相当のデータを書き込み、読み出したときの S/N (dB) 比を表 4 に示す。

【0103】

【表 4】

表 4

No.	ターゲット組成(wt%)	無機化合物膜		無機化合物膜の粒径(μm)	無機化合物膜の粒径(μm)
		粒径(μm)	粒径(μm)		
1	CoO(11.5 NiO-50CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5.5)	19	19	0.7~1.0	0.7~1.0
2	CoO(19.5 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1.5)	38	2.0~2.5	0.7~1.0	0.7~1.0
3	CoO(16 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5.5)	41.5	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
4	CoO(10 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1.5)	49	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
5	CoO(15 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1.5)	44.5	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
6	CoO(10 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1.5)	47	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
7	CoO(16 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (4.5)	43	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
8	CoO(16 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5.5)	46.5	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
9	CoO(10 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1.5)	49.5	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
10	CoO(15 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1.5)	52.5	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
11	CoO(10 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1.5)	51	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0
12	CoO(15 NiO-30CaO- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1.5)	52.5	1.0~1.5	0.7~1.0	0.7~1.0

【0104】表4のNo.1の磁気ディスクでは、無機化合物膜中の粒子部分のCoO量が9.9wt%で、粒界相の幅が小さくなり、無機化合物膜の粒径が大きくなると共に標準偏差/平均粒径も大きくなり、その結果磁性膜の粒子径も大きくなつてS/Nが低下した。

【0105】No.7の磁気ディスクでは、No.1とは逆に膜中のCoO量が6.3wt%で、粒界相の幅が大きくなり、無機化合物膜の粒径が極端に小さく、また、結晶性も悪くなつたために、磁性膜が無機化合物膜の粒径を反映させることができず、その結果、磁性膜の粒子径制御が困難となり、S/N比が低い値となつた。

【0106】No.10の磁気ディスクでは、CoOに混合する成分をNa<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>-CaO系ガラスに代えてSiO<sub>2</sub>+TiO<sub>2</sub>としたものである。CoOに混合

する成分が変わつても、その傾向はほぼ同じであった。

【0107】表4から無機化合物膜中の粒子部分のCoO量の範囲が6.5~9.8wt%の場合（例えば、表4のNo.2~6, 8~11）は、S/N比が2.5以上である。従つて、こうした特性を得ることができる組成範囲にある膜を得るためにターゲットとしては、CoO量が6.5~9.8wt%が望ましい。

【0108】また、無機化合物膜の粒界相成分となる材料のターゲット中の割合によって、粒界相の幅を制御できる。粒界相の幅を0.1~2nmにすることによつて、磁性膜の磁性粒子間の距離を最適にでき、磁性膜の磁性粒子間の相互作用を低減することができる。そして、磁性粒子間の磁気的相互作用を低減することにより、記録や消去時の磁気反転単位を低減した磁気ディス

クを得ることができる。

【0109】本実施例においては、 $\text{CoO}$ と $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{CaO}$ 系ガラス、 $\text{CoO}$ と $\text{SiO}_2+\text{TiO}_2$ について示したが、 $\text{CoO}$ の代わりに $\text{NaCl}$ 型あるいはスピネル型の結晶構造を有する酸化物を用いてよい。また、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{CaO}$ 系ガラス、あるいは、 $\text{SiO}_2+\text{TiO}_2$ に代わるものとして、層消弾表第1～V表の酸化物、塗化物、硼化物によっても同様な効果が期待できる。

【0110】上記のように、無機化合物膜、中間膜、磁性膜のそれについて、材料の選定または成膜条件を変えることにより、粒子および粒界相を構成する物質、濃度（組成比）、膜の向性性、粒子径、粒界相の厚さ、粒界の分布等を制御することができる。各層の結晶粒子は、格子定数の整合が互いに取り易いように結晶配向していることが最も好ましい。

【0111】なお、本実施例では、基板1としてガラス基板を用いたが、ポリエチレン、ポリエチル、ポリオレフィン、セルロース、ポリ塗化ビニル、ポリイミド、ポリカーボネートなどの高分子材料、アルミニウム、アルミニウム合金、チタン合金などの金属材料、アルミニガラスなどのセラミックスガラス、あるいは、これらの複合材料を用いてよい。基板の形状としては、円盤状以外にチップ状、フィルム状、シート状、カード状、ドラム状などでもよい。

【0112】磁気記録媒体の信頼記録方式には、大別して記録磁化を膜面内方向に形成する面内記録方式と、記録磁化を膜面に垂直方向に形成する垂直記録方式がある。

\* 【0113】面内記録媒体の磁性層には、六方最密構造の $\text{Co}$ 合金等が用いられる。 $\text{Co}$ 合金膜は、軸を磁化容易軸とする一軸異方性を有するため、c軸を膜面に配向させる。

【0114】また、垂直記録媒体にも六方最密構造の $\text{Co}$ 合金等が用いられる。この場合はc軸を膜面に垂直に配向させる。磁性膜の向性性は、無機化合物膜、あるいは、無機化合物膜と磁性膜に形成する中間膜の形成によっても制御できる。従って、本発明は面内記録方式、垂直記録方式のいずれにも用いることができる。

【0115】

【発明の効果】本発明によれば、磁性膜の結晶粒子が微細で均一粒径となり、高密度記録を行なうことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1の磁気記録媒体の断面構造を示す概略模式図である。

【図2】無機化合物膜の代表的な構造を示すTEM写真である。

【図3】磁気記録装置の概略構造を示す模式断面図である。

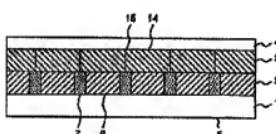
【図4】実施例4の磁気記録媒体の構造を示す模式断面図である。

【符号の説明】

1…基板、2…無機化合物膜、3…磁性膜、4…保護膜、5…磁気記録媒体、6…粒子、7、16、19…粒界相、8、9…駆動部、10…磁気ヘッド、11…磁気ヘッドアーム、12…ボイスコイルモーター、13…中間膜、14…磁性粒子、15、18…粒界、17…中間膜粒子。

【図1】

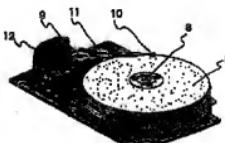
図 1



1…基板 2…無機化合物膜 3…磁性膜 4…保護膜  
5…磁気記録媒体 6…粒子 7…粒界相 14…磁性粒子 15…粒界

【図3】

図 3



5…磁気記録媒体  
8…駆動部(遮蔽)  
9…駆動部(遮蔽)  
10…磁気ヘッド  
11…磁気ヘッドアーム  
12…ボイスコイルモーター

[図2]

図2

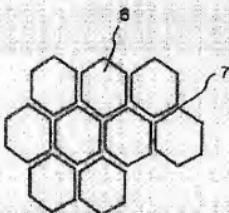
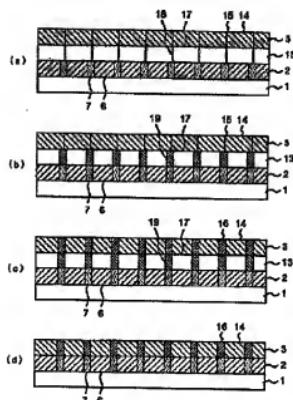


図4

図 4



1 2…中間層 1 4…隔壁粒子 1 5, 1 8…境界  
1 6, 1 9…電介質 1 7…中間層粒子

## フロントページの焼き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup> 識別記号  
G 11 B 5/738  
5/851  
H 01 F 10/16  
10/26

F I  
G 11 B 5/738  
5/851  
H 01 F 10/16  
10/26

7-73-1' (参考)

(72)発明者 内藤 季  
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 鮎木 康隆  
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

Fターミナル(参考) 4K029 BA01 BA06 BA07 BA13 BA16

(72)発明者 平野 殖己  
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

BA43 BA46 BA48 BC06 BD11

(72)発明者 山本 浩貴  
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

CA03 DC03 DC16

(72)発明者 滝川 孝  
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

5D006 BB01 BB06 BB07 CA01 CA05

5D112 AA03 AA05 BB05 BD03 FA04

FB02

5B049 AA04 AA09 AC05 BA05 DH04

DB12 CC01